



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I716483 B

(45)公告日：中華民國 110 (2021) 年 01 月 21 日

(21)申請案號：105135782

(22)申請日：中華民國 105 (2016) 年 11 月 03 日

(51)Int. Cl. : C23C14/22 (2006.01)

G01N1/32 (2006.01)

H01J37/305 (2006.01)

(30)優先權：2015/11/06 美國

62/252,308

2016/03/31 美國

15/087,968

(71)申請人：美商 F E I 公司 (美國) FEI COMPANY (US)

美國

(72)發明人：勞斯 布萊恩 羅伯茨 J R ROUTH, BRIAN ROBERTS, JR. (US)；米勒 湯瑪士

G MILLER, THOMAS G. (US)；魯 查德 RUE, CHAD (US)；法蘭科 諾艾爾

湯瑪士 FRANCO, NOEL THOMAS (US)

(74)代理人：陳展俊

(56)參考文獻：

CN 104303257A

CN 104777024A

審查人員：李定炘

申請專利範圍項數：16 項 圖式數：28 共 61 頁

(54)名稱

用於處理及分析一工件的方法和系統

(57)摘要

本發明涉及材料沉積的改進方法。用於帶電粒子處理的方法和裝置包括形成由至少兩種材料構成的保護層。這兩種材料可以混合在一起或可以作為分開的層沉積。其已經根據樣品的材料性質配製和佈置。

A method and apparatus for charged particle processing includes forming a protective layer composed of at least two materials. The two materials can be mixed together or can be deposited as separate layers. that have been formulated and arranged according to the material properties of the sample.

指定代表圖：

符號簡單說明：

1200:片層基材

1202:底層

1204:頂層材料

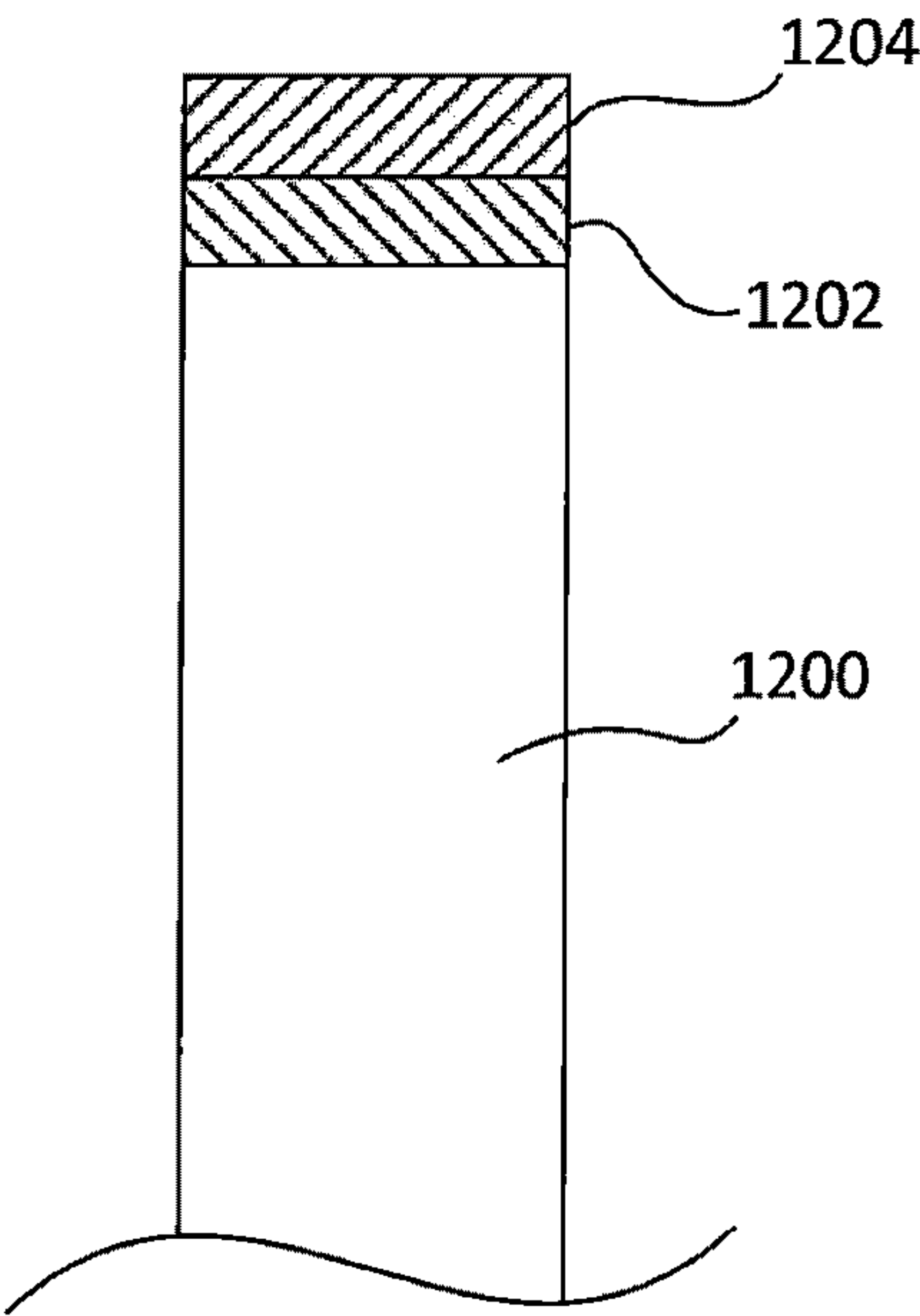


圖 22

109年7月15日 修正

I716483

發明摘要

※ 申請案號：

※ 申請日：

※IPC 分類：

【發明名稱】(中文/英文)

用於處理及分析一工件的方法和系統

METHOD AND SYSTEM FOR PROCESSING AND ANALYZING A
WORK PIECE

【中文】

本發明涉及材料沉積的改進方法。用於帶電粒子處理的方法和裝置包括形成由至少兩種材料構成的保護層。這兩種材料可以混合在一起或可以作為分開的層沉積。其已經根據樣品的材料性質配製和佈置。

【英文】

A method and apparatus for charged particle processing includes forming a protective layer composed of at least two materials. The two materials can be mixed together or can be deposited as separate layers. that have been formulated and arranged according to the material properties of the sample.

【代表圖】

【本案指定代表圖】：第（ 22 ）圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

1200 片層基材

1202 底層

1204 頂層材料

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

【無】

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

用於處理及分析一工件的方法和系統

METHOD AND SYSTEM FOR PROCESSING AND ANALYZING A WORK PIECE

【技術領域】

【0001】 本發明涉及帶電粒子束誘導的沉積，更具體地涉及用於 FIB 和 SEM 束化學的前驅物氣體組合物。

【先前技術】

【0002】 在現有技術中，已知通過典型地在聚焦離子束(FIB)儀器中進行的離子束誘導沉積(IBID)和通常在掃描電子顯微鏡(SEM)儀器中進行的電子束誘導沉積(EBID)使材料沉積在樣品上。根據已知方法，將樣品置於帶電粒子束裝置(通常為 FIB 系統或 SEM 系統)的可抽空樣品室中。在沉積氣體，通常稱為前驅物氣體的存在下將帶電粒子(或其他)束施加於樣品表面。前驅物氣體層吸附至樣品表面。層厚度由氣體分子在樣品表面上的吸附和脫附的平衡控制，所述平衡轉而取決於例如氣體分壓、基材溫度和粘附係數。所得層厚度可以根據應用而變化。

【0003】 材料沉積可以根據應用採用各種不同的氣體前驅物進行。例如六羰基鎢($W(CO)_6$)氣體可以用於沉積鎢，萘氣體可以用於沉積碳。TEOS、TMCTS 或 HMCHS 氣體與氧化劑例如 H_2O 或 O_2 組合的前驅物氣體可以用於沉積氧化矽

(SiO_x)。對於沉積鉑(Pt)，可以使用（甲基環戊二烯基）三甲基鉑氣體。

【0004】 獲自這些不同前驅物的材料沉積具有不同的性質。例如，使用（甲基環戊二烯基）三甲基鉑前驅物沉積的 IBID Pt 材料傾向於“較軟”。即，相比於分別採用萘或 $\text{W}(\text{CO})_6$ 獲得的“較硬的” IBID 碳或鎢層，此類較軟的材料更易於隨後的離子束濺射。使用 TEOS、TMCTS 或 HMCHS 氣體與氧化劑例如 H_2O 或 O_2 組合的前驅物的氧化矽層更多地傾向於“中等”硬度。材料的相對“硬度”或“軟度”取決於束的入射角。在一些材料對中，“較硬的”材料在不同的入射角下變得較軟。還存在其他區別。例如，當鉑膜在 FIB 截面處理（cross-sectioning）之前用作犧牲蓋（sacrificial caps）時（例如在 TEM 製備中發生），膜的軟性傾向於導致獲得光滑的截面切面。相比之下，碳膜極硬並傾向於在切面上產生後生物(artifacts)，稱為“垂落（curtaining）”。除了硬度性質之後，這些不同的沉積前驅物的生長速率也可以為各種應用的重大因素。

【0005】 以下是各種類型的氣體前驅物的實例。例如，C 類蝕刻劑可以包括氧氣(O_2)、一氧化二氮(N_2O)和水。金屬蝕刻劑可以包括碘(I_2)、溴(Br_2)、氯(Cl_2)、二氟化氙(XeF_2)和二氧化氮(NO_2)。電介質蝕刻劑可以包括二氟化氙(XeF_2)、三氟化氮(NF_3)、三氟乙醯胺(TFA)和三氟乙酸(TFAA)。金屬沉積前驅物氣體可以包括(甲基環戊二烯基)三甲基鉑、四(三苯基膦)鉑(0)，(0)六羰基鎢($\text{W}(\text{CO})_6$)、六氟化鎢(WF_6)、六羰基鉬

($\text{Mo}(\text{CO})_6$)、二甲基(乙醯丙酮)金(III)、原矽酸四乙酯(TEOS)和原矽酸四乙酯(TEOS)+水(H_2O)。電介質沉澱前驅物可以包括原矽酸四乙酯(TEOS)、原矽酸四乙酯(TEOS)+水(H_2O)、六甲基環六矽氧烷(hexamethylcyclotrioxane)((HMCHS) + O_2)、和四甲基環四矽氧烷(TMCTS) + O_2)。碳沉積前驅物可以包括萘和十二烷($\text{C}_{12}\text{H}_{26}$)，平面去層劑 (planar delayering agents) 可以包括硝基乙酸甲酯。儘管這些為可以獲得的氣體前驅物的很多實例，但也存在很多其他的並且可以使用。

【0006】 束誘導的沉積在很多應用中用於將材料沉積於樣品例如半導體晶片的目標表面上。所述材料出於很多理由沉積，例如用以形成薄膜表面、電氣連接中、用於半導體部件表徵和分析的保護塗層和用於銑削高深寬比結構（例如過孔）的蓋封材料（capping material）。然而，當在樣品和沉積的蓋封材料的硬度之間存在顯著差別時，可能很難獲得製得樣品的期望的結構、形狀和表面特性。例如，可能很難控制銑削結構形成中的傾斜表面，因為各材料的區別的濺射速率能夠在材料之間的介面處導致坡度變化。另外，在用於製備樣品（用於部件表徵和分析）的截面處理過程中在 FIB 銑削表面上可能形成後生物。

【0007】 已知使用 FIB 系統的技術用於製備超薄樣品（用於部件表徵和分析），其中在銑削過程中使引入的表面後生物的發生概率最小化是很重要的。

【0008】 隨著半導體幾何體繼續收縮，廠商越來越依賴於用於監控製造過程、分析缺陷和研究介面層形態的透射式電

子顯微鏡(TEM)。透射式電子顯微鏡使觀察者看見具有奈米級尺寸的部件。相比於掃描電子顯微鏡(SEM)，其僅顯像材料的表面，TEM 還能夠分析樣品的內部結構。在 TEM 中，寬束衝擊樣品，並且檢測透射通過樣品的電子以形成樣品的圖像。掃描透射電子顯微鏡(STEM)合併了 TEM 和 SEM 的原理並且可以在兩者的任一儀器上運行。STEM 技術以光柵模式在樣品上掃描非常細微聚焦的電子束。樣品必須足夠薄以使初級束中的很多電子能夠流過樣品並且在對面側離開。

【0009】 由於對於採用透射電子顯微鏡（無論 TEM 還是 STEM）觀察，樣品必須非常薄，所以樣品的製備可能是精細的耗時的工作。本文中使用的術語“TEM”是指 TEM 或 STEM，並且用於 TEM 的製備樣品的相關內容也理解為包括製備用於在 STEM 上觀察的樣品。本文中使用的術語“STEM”也指 TEM 和 STEM 兩者。

【0010】 存在幾種用於製備用於採用 TEM 或 STEM 觀察的薄樣品的方法。在不損壞從其中提取樣品的整體材料的情況下提取樣品的一些方法是必需的。其他方法需要損壞材料提取樣品。一些方法提供薄樣品（稱為片層）的提取。片層可能需要在 TEM 或 STEM 觀察之前薄化。

【0011】 對於 TEM 觀察，片層樣品通常低於 100 nm 厚度，但對於一些應用，樣品必須相當薄。採用先進的半導體製造工藝，在 30 nm 和更低的設計節點下，樣品需要低於 20 nm 的厚度，從而在小型結構中避免重疊。一些應用，例如下節點半導體器件的分析，需要厚度為 15 nm 或更小的片層從

而隔離感興趣的特定器件。目前的薄化片層的方法很難並且不穩定。樣品中的厚度變化導致樣品彎曲或彎折、過度銑削、或可能損壞片層的其他災難性缺陷。對於此類薄樣品，製備在顯著地確定結構表徵的品質和最低和最關鍵結構的分析的 TEM 分析中是重要步驟。

【0012】 已知在薄化之前在期望的片層位置上方提供沉積的保護層以保護樣品上的感興趣區域以免曝露於離子束並防止彎曲或彎折。在如圖 1-3 中所示的一個常用的製備技術中，如圖 1 所示，首先使用電子束或離子束沉積在樣品體的上表面 23 上的感興趣區域上方沉積材料例如鎢、碳或鉑的保護層 22。接下來，如圖 2 和 3 所示，使用具有相當大的束尺寸的高束流的聚焦離子束用於從感興趣區域的前部和後部銑削掉大量材料。在兩個銑削區域 24 和 25 之間的保留的材料形成包括感興趣區域的薄豎直樣品區 26。通常，感興趣區域包含在樣品表面下的上方 200-300 nm。在感興趣區域背面上銑削的區域 25 示為小於前部區域 24。較小的銑削區域 25 主要為了節省時間，但也防止完成的樣品落入較大的銑削區域 24 中，致使難以從樣品體移除樣品區 26。然後可以使用聚焦離子束從樣品體切掉樣品區 26，然後使用例如顯微操縱器以熟知方法抬升出來。然後，樣品區 26 通常轉移至 TEM 柵格並且薄化。然後可以使用 TEM 或其他分析工具分析樣品區 26。

【0013】 在製備超薄(< 30 nm 厚度)TEM 樣品中存在顯著問題。例如，在感興趣區域上方的鉑保護層過於軟並且通常在片層薄化期間損壞，在完成片層薄化之前完全被來自離子

束尾部的週邊侵蝕所消耗。較硬的材料層可能比較軟的材料更耐侵蝕，但可能導致片層的截面上不期望的後生物。

【0014】 圖 4 和 5 示出在超薄樣品的製備中問題的實例。如圖 4 所示，片層樣品 30 的截面示為製成具有沉積在硬金剛石基材 34 上的軟 Pt 蓋 32。當通過薄化將片層 30 製成需要的厚度尺寸時，該厚度錯配導致較軟 Pt 蓋 32 比較硬金剛石基材 34 更快被侵蝕。這種組合盡可能期望地阻止使用者將片層薄化，因為保護蓋 32 最終在基材 34 充分薄化之前完全消耗。相反地，如圖 5 中所示，片層樣品 36 的截面示為製成具有置於軟銅基材 40 上的硬碳蓋 38。在這個實例中，由於較軟基材 40 比較硬蓋 38 消耗得更快，可能觀察到伐倒切口 (undercutting)⁴²。這樣可能導致片層的過早損壞和截面處理表面的後生物，例如“垂落”。

【0015】 垂落是後生物，導致樣品表面起波痕或不均勻。垂落可能出於各種原因形成。如果樣品是不均勻的，由具有不同的濺射速率的不同材料構成，則較硬的材料可能形成從截面稍微突出的阻力區域(resistant areas)。這些突出部掩蓋它們下方的區域，導致向下發展的豎直條痕。圖 6 示出具有含示出垂落的鎢保護層的矽基材的樣品 44。由於鎢比矽基材更硬或更耐來自離子束的濺射，導致“垂落”。這導致從基材的截面稍微突出的部件。較硬的懸伸的鎢基本上掩蓋直接在其下方的基材，獲得鎢的豎直突出部。或者，當曝露於離子束時，一些硬蓋封材料形成波痕樣或直線型圖案，即使蓋封材料其本身在內部是均勻的。圖 7 示出具有含示出垂落的碳

保護層的矽基材的樣品 46。當進行截面銑削時，碳層材料逐步呈現出高紋理化表面。因此，碳層的形態導致該實例中的垂落。具有這些類型的結構或密度變化的樣品的從上至下變薄會導致獲得從樣品頂部（頂部定義為最靠近離子束源）附近的較緻密材料（即金屬線）沿著截面向下發展的豎直脊線或變化，其以與離子束方向平行的方向運行。垂落是在半導體材料中最經常觀察到的，其中具有低濺射產率的材料的多個有圖案的層阻礙較快的濺射產率(sputtering yield)材料。垂落可能還在示出不同形態區域的材料中觀察到，其中濺射產率的變化隨著銑削入射角而變化。有孔的樣品也誘發垂落。垂落後生物降低 TEM 顯像的品質並限制最低可使用的試樣厚度。

【0016】 另一類型的後生物稱為“高爾夫球釘”。例如，樣品上的感興趣區域上的鎢或碳層，其通常為例如矽的材料。蓋封材料和矽基材具有不同的“硬度”（對來自離子束的濺射的阻力），導致頂部至底部的厚度變化，稱為“高爾夫球釘(golf-tee)”，其中樣品在頂部較厚，並且縮窄至較薄尺寸從而使樣品當在 Y 型截面中觀察時具有“高爾夫球釘”外形。由於感興趣的區域通常包含在片層上表面附近，因此對於 TEM 觀察，較厚的尺寸能夠掩蓋感興趣區域並導致比期望的樣品少。

【0017】 “高爾夫球釘”效應的樣品能夠在圖 8 中看到，其示出具有位於樣品 50 的上表面上的離子束誘導沉積(IBID)鎢保護層 52 的 TEM 樣品 50。在這個樣品中，在薄化之後，

樣品 50 在保護層 52 正下方為 44 nm 寬並且在保護層 52 下方 150 nm 處變窄至 25 nm 寬。該厚度變化是矽基材和鎢保護層之間的不同蝕刻速率的結果。鎢是比矽更硬更緻密的材料並且具有顯著更低的蝕刻速率，其導致鎢保護層 52 比片層體更寬。通常，感興趣區域位於主要區域，其中對於 TEM 觀察，“高爾夫球釘”掩蓋或干擾感興趣區域。

【0018】所需要的是材料沉積以獲得不含表面後生物和坡度變化的可控的工件表面的改善方法。

【發明內容】

【0019】本發明的目的是提供用於形成保護層以供帶電粒子束處理從而曝露用於觀察的感興趣區域的改進的方法和裝置。

【0020】用帶電粒子束處理工件以曝露用於觀察的感興趣區域的系統，包括用於在工件表面提供前驅物氣體的方法和裝置；將帶電粒子束導向基材以在感興趣區域上方從前驅物氣體誘導保護層的沉積，該保護層由至少兩種具有不同濺射速率的不同材料構成；將帶電粒子束導向基材以銑削所述保護層從而曝露在保護層下方的感興趣區域。

【0021】上文已經相當寬泛地概括了本發明的特徵和技術優點，從而使後文中的本發明的詳細描述可以更好地被理解。本發明的另外的特徵和優點將在後文中描述。本領域技術人員應該理解為公開的概念和具體實施方案可以容易地用作改變或設計用於執行本發明相同目的的其他結構的基礎。

本領域技術人員應該意識到此類等同的構造沒有脫離所附申請專利範圍中所述的本發明的範圍。

【圖式簡單說明】

【0022】 本專利或申請檔包含至少一個彩圖。含有彩圖的本專利或專利申請公開的副本將在要求和繳納必需費用之後由專利局提供。爲了更全面的理解本發明和其優點，參考下文的描述以及附圖，其中：

圖 1-3 示例了根據現有技術的非原位樣品製備技術中的步驟。

圖 4 示出具有硬金剛石基材和易消耗的軟鉑頂層的現有技術片層外形。

圖 5 示出具有軟銅基材和帶有所得的伐倒切口的硬碳頂層的現有技術片層外形。

圖 6 爲根據現有技術的示出垂落的具有鎢頂層的 FIB 截面的顯微照片。

圖 7 爲根據現有技術的示出垂落的具有碳頂層的薄化 TEM 樣品的顯微照片。

圖 8 示出根據現有技術的在薄化之後具有“高爾夫球釘”後生物的片層的圖像。

圖 9 圖示了具有多氣體噴射系統(MGIS)的帶電粒子束系統。

圖 10 示出豎直沉積生長速率隨著 Pt 前驅物(X 軸) 和 C 前驅物(Y 軸)的閥占空比而變化的等值線圖。

圖 11 示出沉積的 C-Pt 複合材料的濺射速率隨著 Pt 前驅物(X 軸) 和 C 前驅物(Y 軸)的閥占空比而變化的等值線圖。

圖 12 示出具有富 C 的保護複合層的片層外形。

圖 13 示出具有富 Pt 的保護複合層的片層外形。

圖 14 示出具有 C-Pt 的保護複合層的片層外形。

圖 15 示出用於具有成形的過孔結構的基材的複合材料沉積的實施方案。

圖 16 示出用於具有成形的過孔結構的基材的複合材料沉積的另一實施方案。

圖 17 示出用於具有成形的過孔結構的基材的複合材料沉積的另一實施方案。

圖 18 示出圖 17 的複合材料沉積的閥占空比。

圖 19 示出用於具有成形的過孔結構的基材的複合材料沉積的另一實施方案。

圖 20 示出圖 19 的複合材料沉積的閥占空比。

圖 21 示出使用用於執行本發明的類型的雙束系統的另一實施方案。

圖 22 示出具有不同材料的保護層的片層外形。

圖 23 示出具有多個不同材料的保護層的片層外形。

圖 24 示出具有不同的交替材料的保護層的片層外形。

圖 25 示出具有多個保護層的片層的優選實施方案的圖像。

圖 26 示出具有多個保護層的片層的另一優選實施方案的顯微照片。

圖 27A 和 27B 示出表 1 和 2 中資料的曲線。

圖 28 示出根據本發明的材料沉積的流程圖。

【實施方式】

【0023】 本發明的實施方案提供通過使用兩種不同的材料產生保護層的用於帶電粒子束處理的改進的保護層。

【0024】 根據一個實施方案，進行材料沉積以提供具有基本上匹配基材材料的濺射速率的濺射速率的保護材料層。在 FIB 系統的真空室中將帶電粒子束導向基材以從前驅物氣體混合物誘導材料沉積。可以通過改變氣體混合物組份的比率調節對保護層材料沉積的濺射的阻力。使用具有可變流量控制和混合能力的多氣體噴射系統，其能夠取決於樣品基材的材料在大範圍內改變前驅物比率以改變保護層材料的硬度。

【0025】 根據另一實施方案，進行材料沉積以提供保護層，其包括沉積在多個層中的兩種或更多種材料組成，其中每個層具有不同蝕刻速率。優選地，在 FIB 系統的真空室中將帶電粒子束導向基材以在感興趣區域上方從前驅物氣體誘導第一保護層到樣品基材上的沉積。然後，將離子束導向樣品基材以在第一保護層上從前驅物氣體誘導至少第二保護層的沉積。優選地，所述第一保護層具有與樣品的蝕刻速率密切匹配的蝕刻速率，第二保護層（和任何其他層）具有不同於樣品的蝕刻速率的蝕刻速率。例如，對於較軟的基材，較軟的保護材料可能首先沉積成直接與基材直接接觸，然後第二較硬層可以沉積在第一層上。較硬的層耐來自離子束的侵

蝕，而較軟的底層阻止截面處理後生物。具有密切匹配基材的濺射速率的底層減少截面處理後生物的危險。對於較硬的基材，例如金剛石、碳、或碳化矽，較硬的保護層可以首先沉積以與基材直接接觸，其中較軟的材料層沉積在第一層上。

【0026】 在另一實施方案中，進行材料沉積以提供材料的交替層以形成保護層，其中通過使用分開的(discrete)氣體化學品沉積材料的交替的薄層“調整”保護層材料的蝕刻速率，這形成交替的“百匯樣式”宏觀結構，其蝕刻速率在各個組份的蝕刻速率之間。通過調節各個組份的厚度以及層的總數，用戶可以實現一定程度的調節能力，以實現期望的膜性質。可以沉積限制末端的(limiting extreme)無限的超薄的交替層，導致類似複合混合物的沉積。

【0027】 在另一實施方案中，氣體前驅物的混合物用於材料沉積中，但在沉積過程中逐漸調節氣體的比率以形成複合蓋封材料，從而保護層的底部主要為一個組份並且層頂部主要為另一組份，中間區域具有中間組成。隨著銑削在保護材料上進展，提供了從硬到軟的漸變（或反之）。

【0028】 在另一實施方案中，本文中所述的材料沉積方法可以採用 TEM 片層製備進行，用以調節犧牲保護蓋的硬度以防止片層由於來自束尾部的侵蝕導致的損壞，並且可以最小化在介面處的截面處理後生物例如垂落和側壁坡度變化。

【0029】 在另一實施方案中，本文中所述的材料沉積方法可以伴隨其中複合蓋封層一般而言用於形成單面 FIB 截面的

應用進行，具有不含缺陷和坡度變化的切面。

【0030】 在另一實施方案中，本文所述的材料沉積方法可以伴隨其中可以使用組合物沉積膜控制採用離子束銑削形成的高深寬比結構（例如過孔）的銑削外形的應用進行。

【0031】 根據本發明的第一優選實施方案，將基材，例如半導體晶片，載入到具有 FIB 柱和 SEM 柱的雙束 FIB/SEM 系統中。儘管討論雙束系統，但理解為可以使用其他 FIB 系統實施本發明。可以手動轉移晶片或優選通過多晶片載體和自動載入機器人（未示出）的方式轉移。

【0032】 在用於製備片層樣品的應用中，確定用於提取和分析的在包含感興趣部件的樣品上的區域的位置（即片層位置）。例如，基材可以為半導體晶片或其一部分，待提取的樣品可以包括待使用 TEM 觀察的積體電路的一部分。通常，通過使用機器視覺在晶片或晶片上設定參照符號位置或使用無圖案晶片的邊緣和對齊缺口或平面粗略地將基材對齊。或者，可以自動地使用圖像識別軟體設定片層位置。合適的圖像識別軟體可獲自 Natick, MA 的 Cognex Corporation。通過使用類似部件的樣品圖像或通過使用來自 CAD 資料的幾何資訊，圖像識別軟體可以“調製”成設定期望的片層的位置。也可以使用自動化 FIB 或 SEM 度量衡以識別或幫助識別片層位置。度量衡可以由基於圖像的圖案識別、邊緣檢測、ADR、質心計算或斑點構成。如果期望的話，可以銑削基準標記到基材表面中作為精確和準確的定位標記。

【0033】 然後，複合保護層沉積在片層位置的上方以保護

樣品。在第一個優選實施方案中，可以使用多氣體噴射系統進行 IBID 或 EBID 沉積，其中兩種或更多種前驅物氣體同時流動。例如，可以進行沉澱，其中沉積的材料具有介於兩個單個組份中間的性質。例如，可以進行採用 Pt 和 C 前驅物的混合物獲得的 IBID 沉積以獲得具有介於在單獨地採用 Pt 和 C 前驅物獲得的性質之間的性質的保護層。可以多種方式進行前驅物混合。例如，單氣體噴嘴出口可以被包含各個化學前驅物的兩個或更多個容器分享，各個組份的相對流速可以由位於化學前驅物容器和出口之間的脈衝閥控制。

【0034】 圖 9 示出併入本發明實施方案的束系統 100 的圖示。束系統 100 包括樣品真空室 102，其包含用於支撐待由束 110 處理的工件 106 的樣品台 104，束 110 由束生成子系統例如鐳射或帶電粒子束柱產生。例如，帶電粒子束柱 112 包括帶電粒子源 113、一個或多個聚焦透鏡 114、和用於掃描或否則以指定模式將束 110 引導在工件表面上的偏轉器 116。抽空系統，例如高真空葉片泵 120 和前級泵 122 的組合，在樣品真空室 102 中在處理期間保持優選低於 10^{-3} mbar，更優選低於 10^{-4} mbar，甚至更優選低於或等於約 10^{-5} mbar 的真空。前級泵 122 排氣到排氣口 124。

【0035】 通過從多氣體噴射系統(MGIS)閥 132 延伸的可縮進針 130（其在下文中更詳細地描述）將氣體供應到工件表面的局部區域。氣體，例如沉積前驅物氣體、蝕刻前驅物氣體或惰性淨化氣體儲存在氣體儲室 131 中。寬泛地使用術語“儲室”以包括任何氣體源。一些儲室 131 可以包括例如在

坩堝中加熱的固體或液體材料以衍生期望的氣體，而其他儲室 131 可以包括壓縮氣體。每個儲室 131 通過相應的導管 133 連接於 MGIS 閥 132，在每個儲室 131 和 MGIS 閥 132 之間的流動通道中具有調節閥 134 和截止閥 136。儘管圖 9 示出具有相應導管的兩個儲室，但本發明不限於任何數目的儲室。本發明的一些實施方案使用六個或更多個儲室，而其他實施方案可以使用單氣體源。

【0036】 當執行預置氣體方案時，延伸 MGIS 閥 132 針 130 並且過程氣體從閥 132 流過針 130 至聚焦帶電粒子束 110 的點附近的工件 106 的表面。

【0037】 樣品台 104 用於將工件放置在帶電粒子束 110 和針 130 下方。最後，通過葉片泵 120 從所述室泵抽出樣品真空室中的來自針 130 的氣體。真空泵 138 從 MGIS 閥的內部通過配備有 MGIS 真空閥 142 的 MGIS 真空導管 140 移出殘留氣體。

【0038】 用於複合保護層的特定方案由特定比率（取決於樣品基材的材料）的混合前驅物構成。優選地，一個前驅物會產生相對軟的沉積材料，其他前驅物會產生相對硬的沉積材料。因此，用戶可以調節沉積層厚度至每個單個前驅物性質之間的任何值。以某一比率混合前驅物以將保護層材料的濺射速率與基材材料的濺射速率匹配從而實現充分薄化並防止介面後生物。閥在 MGIS 遞送硬體中的占空比能夠在 0% 至 100% 之間連續變化。因此，可以調節沉積材料以具有介於各個混合前驅物組份性質之間的性質。這導致獲得對於不同的

基材材料和不同的應用而言的定制沉積。

【0039】 在一個實例中，沉積保護碳-鉑(C-Pt)層。取決於基材的材料以特定比率混合 C-Pt 前驅物。這通過如圖 10 和 11 中所示的等值線圖中所示的調節 C-Pt 比率實現。在圖 10 中，示出豎直沉積生長速率(nm/sec)隨著 Pt 前驅物(X 軸)和 C 前驅物(Y 軸)的閥占空比而變化的等值線圖 150。圓圈 152 表示最高生長速率，分別涉及 Pt 和 C 的圓圈 154 和圓圈 156 表示標準的單一前驅物材料的生長速率。在圖 11 中，示出沉積的 C-Pt 複合材料的濺射速率隨著 Pt 前驅物(X 軸)和 C 前驅物(Y 軸)的閥占空比而變化的等值線圖 160。分別涉及 Pt 和 C 的圓圈 162 和圓圈 164 表示標準的單一前驅物材料的濺射速率。添加少量 Pt 到大部分的 C 沉積，由圓圈 166 標記的情況，例如導致獲得比任一單個組份作為保護蓋層都優異的材料。該層比單獨的 Pt 硬得多，但沒有單獨的 C 的垂落效果。可變的占空比閥控制或脈衝閥的“開通”時間的百分比，和多氣體噴射系統的混合能力使此類調節能夠實現。因此，在圖 11 中通過從等值線圖 160 的左上方移動到右下方能夠實現期望的“硬度”。因此，用戶可以定制沉積層的硬度以適應樣品，特別是匹配樣品基材的硬度。

【0040】 例如，如圖 12-14 中所示，在基材上施加具有各種硬度性質的 C-Pt 複合材料沉積。例如，可以通過連續調節閥占空比以實現富 C 複合物（C 閥占空比 = 80%，Pt 閥占空比 < 2%）能夠在基材 200 上形成 C-Pt 複合材料，導致獲得如圖 12 中所示的非常硬的保護層 202（但沒有單獨的 C 硬）。

如圖 13 中所示，可以通過連續調節閥占空比以實現富 Pt 複合物（C 閥占空比 < 2%，Pt 閥占空比 = 80%）能夠在基材 206 上形成 C-Pt 複合材料，導致獲得非常軟的保護層 208（但沒有單獨的 Pt 軟）。如果使用硬基材樣品，例如金剛石，可以沉積硬度密切匹配金剛石基材硬度的富 C 層。作為圖 14 中所示的實例，具有採用 80%-5% 的 MGIS 設定 (C 比 Pt) 沉積的 C-Pt 材料 212 的保護層的基材 210 對於採用純 C 或純 Pt 前驅物獲得的層是優選的。80%-5% 比率具有比單獨使用的單個 C 或 Pt 更高的材料生長速率。另外，這個比率具有比 Pt 更高的濺射阻力並具有比 C 更少的垂落後生物。

【0041】 對於具有各種硬度性質的基材可以獲得其他沉積。例如，具有中間占空比（例如對於碳和鉑二者，40%）的保護層具有大致介於採用任一單個組份獲得的性質中間的性質。對於具有較軟的基材性質的樣品，例如有機樹脂，可以將沉積前驅物調節至富 Pt。

【0042】 可能的占空比和樣品組合包括具有使用 50%-50% (C 比 Pt) 的閥占空比的沉積層的中等硬矽基材，具有使用 80%-1% (C 比 Pt) 的閥占空比的沉積層的硬金剛石基材，和使用 5%-80% (C 比 Pt) 的閥占空比的沉積層的軟樹脂基材。還可以將前驅物與傳統 MGIS 系統混合，其中可以通過控制每種試劑的坩堝溫度粗略地調節前驅物的比率。然而，很多占空比組合是可行的，這些實例示例了沉積材料的硬度可以連續變化以匹配基材材料的硬度。

【0043】 除了上述脈衝閥混合策略之外，可以使用其他前

驅物遞送方法。例如，可以採用質量流量控制閥、計量針閥調節各個前驅物組份的相對流速，或簡單地通過調節前驅物容器的溫度以調節該組份的蒸汽壓來實現。還可以通過使用不同尺寸的孔口（孔徑）或通過使用具有不同內徑的管材來影響流速。最後，可以在同一容器中混合多種前驅物化學品，從而打開單閥使前驅物氣體的混合物裝入儀器的真空室中。無論用於遞送多組份前驅物混合物的遞送策略如何，可以使用前驅物混合物調節沉積的材料層的性质，無論用於形成混合物的硬體或系統如何。

【0044】 可以將來自前驅物混合物的沉積材料層應用於各種不同的應用。在 TEM 片層製備中，調節犧牲保護蓋的硬度能夠防止由於來自束尾部的侵蝕造成的片層損壞，並且能夠最小化在介面上的截面處理後生物例如垂落和高爾夫球釘以及側壁坡度變化。用於複合材料沉積的另一應用一般用於形成單面 FIB 截面，具有不含缺陷和坡度變化的切面。

【0045】 還可以使用複合沉積層控制採用離子束銑削形成的高深寬比結構（例如過孔）的銑削外形。這可以用於 FIB 奈米級-和微米級-加工，或用於離子束印刷技術。在如圖 15 中所示的這個應用中，工件 250 包括沉積到基材 254 上的薄複合沉積蓋封材料 252，用戶想要在基材 254 中形成高深寬比結構例如過孔 256。應該選擇比下方的目標材料“更硬的”用於複合沉積的特定方案。隨著銑削最初開始進行，離子束會滲透得越來越深到硬沉積層 252 中。最後，銑削會達到硬沉積 252 和下方軟基材 254 之間的介面。在這個點，開始銑削

下方的基材 254，但僅在離子束外形的中心，其中銑削速度最高。由於下方基材 254 比蓋封材料 252 更軟，並且由於離子束外形是大致高斯的(Gaussian)，應該通過離子束分佈強度大的中心快速銑削軟材料 254，而離子束的強度沒那麼大的“尾部”仍然尚未滲透較硬的蓋封材料 252。

【0046】 因此，較軟目標材料上的較硬蓋封膜的佈置在離子銑削探針的形狀上具有削尖效果，並且能夠獲得具有較窄尺寸的過孔，其能夠採用未蓋封的基材實現。如果期望的話，可以在最後步驟中移出頂部蓋封膜，留下“削尖的”高深寬比銑削。這可以例如通過使用矽基材上方的硬碳膜實現，碳膜可以採用氧氣電漿清潔步驟移出。因此，可以形成具有相對窄尺寸和平行側壁的高深寬比結構。

【0047】 在另一實例中，可以通過沉積比下方基材更軟的蓋封膜形成具有倒棱的或錐形外形（頂部閃發形）的過孔。在圖 16 中所示的實例中，示出具有比形成有過孔 266 的下方基材 264 更軟的蓋封層 262 的工件 260。束尾部在軟蓋封層 262 上的效果形成更外側的侵蝕，導致在過孔結構頂部獲得比無蓋銑削的過孔顯著的變寬。

【0048】 圖 17 示出具有含複合層 282 的矽基材 281 的工件樣品 280 的實施方案，在複合層 282 中形成 FIB-銑削的過孔 283，其中複合層 282 具有從層底部到頂部變化的“硬度”。此類複合層可以通過調節沉積過程中的各個前驅物組份的占空比形成。例如，可以通過採用富 Pt 混合物的沉積開始，並且隨著沉積生長逐漸過渡到富 C 混合物而沉積從軟至

硬（從底部至頂部）變化的 Pt-C 複合層。在圖 18 中通過曲線圖 286 示出用於此類過程的閥占空比。

【0049】 圖 19 示出採用具有含複合層 292 的矽基材 291 的工件樣品 290 的相反過程，在複合層 292 中形成 FIB-銑削的過孔 293，其中複合層 292 具有從層底部到頂部變化的“硬度”。此類複合層可以通過調節沉積過程中的各個前驅物組份的占空比形成。例如，可以通過採用富 C 混合物的沉積開始，並且隨著沉積生長逐漸過渡到富 Pt 混合物而沉積從硬至軟（從底部至頂部）變化的 Pt-C 複合層。在圖 20 中通過曲線圖 296 示出用於此類過程的閥占空比。

【0050】 儘管已經討論 Pt-C 混合物作為複合層的實例，但應該理解為其他前驅物組合導致獲得還具有可變材料性質的沉積層。例如，可以採用萘和（甲基環戊二烯基）三甲基鉑的前驅物獲得碳-鉑複合物。可以使用萘和 $W(CO)_6$ 前驅物獲得碳-鎢複合物。可以使用（甲基環戊二烯基）三甲基鉑和的 $W(CO)_6$ 前驅物獲得鉑-鎢複合物，可以採用萘和 TEOS 或 TMCTS 或 HMCHS 的前驅物獲得碳- SiO_x 複合物。

【0051】 可以調節電介質沉積的“硬度”，其通常採用矽氧烷基前驅物和氧化劑進行。高濃度的氧化劑將導致具有全飽和 SiO_2 化學計量的沉積層，而採用減少量(a depleted amount)的氧化劑沉積的層沒有完全飽和，並且具有化學計量 SiO_x ，其中 $X < 2$ 。任何以下的矽氧烷-氧化劑組合都適合此類調節：TEOS (原矽酸四乙酯)和 O_2 ；TMCTS (四甲基環四矽氧烷)和 N_2O ；和 HMCHS (六甲基環六矽氧烷)和水。然而，任

何矽氧烷都可以與任何氧化劑一起使用。

【0052】 生成任何以下一次離子的電漿 FIB 儀器： O^+ 、 O_2^+ 、 O_3^+ 、 N^+ 、 N_2^+ 、 H_2O^+ 、 $H_2O_2^+$ 、 N_2O^+ 、 NO^+ 、 NO_2^+ ；可以潛在地與矽氧烷前驅物結合使用以沉積具有可變硬度的電介質層。在這種情況下，氧化劑本身為一次束類型。因此，可以通過在沉積過程中調節束流密度、前驅物流量、和/或離子束能量使沉積層的範圍為從完全飽和 SiO_2 化學計量至較低飽和的 $SiO_x (X < 2)$ 化學計量。

【0053】 應該理解為儘管上文實例討論了調製材料“硬度”、或對來自離子束的濺射的阻力，但其他材料性質也可以使用同樣的方法調節。例如，電介質膜的電阻率隨著提高氧化劑濃度而增加。因此，通過控制矽氧烷-氧化劑混合物，用戶可以沉積具有差不多電導率的膜。沉積的膜的光透明度為可以通過前驅物混合調製的另一性質。另外，可以通過鐳射輔助的前驅物分解或通過加熱表面上的熱分解獲得使用公開方法的材料沉積。

【0054】 根據本發明的第二優選的實施方案，將基材，例如半導體晶片，載入到具有 FIB 柱和 SEM 柱的雙束 FIB/SEM 系統中。典型的雙束系統構造包括具有縱軸的電子柱和具有相對於豎直方向傾斜的軸的離子柱（通常以大約 52 度的傾斜）。一個此類系統為 DualBeam™ Systems 的 Helios 家族，可從本發明受讓人 Hillsboro, OR 的 FEI 公司商購。

【0055】 圖 21 示出適合執行本發明的典型的雙束 FIB/SEM 系統 2110。系統 2110 包括具有上頸部件 2112 的抽

空包封，在上頸部件 2112 內放置液體金屬離子源 2114 或其他離子源和聚焦柱 2116。可以使用其他類型的離子源，例如多會切(multicusp)或其他電漿源，和其他光柱，例如成形束柱，以及電子束和鐳射系統。

【0056】 離子束 2118 從液體金屬離子源 2114 通過離子束聚焦柱 2116 並在偏轉板 2120 處圖示的靜電偏轉工具之間向基材或工件 2122 移動，基材或工件 2122 包括例如在下室 2126 內的位於台 2124 上的半導體器件。台 2124 還可以支撐一個或多個 TEM 樣品支架，從而樣品可以從半導體器件提取並移動至 TEM 樣品支架。台 2124 可以優選在水平面（X 和 Y 軸）和豎直方向（Z 軸）移動。在一些系統中，台 2124 也可以大致六十（60）度傾斜並且繞 Z 軸旋轉。系統控制器 2119 控制 FIB 系統 2110 的各個部分的運行。通過系統控制器 2119，使用者可以控制以期望的方式通過進入傳統使用者介面（未示出）的命令掃描的離子束 2118。或者，系統控制器 2119 可以根據電腦可讀的記憶體例如 RAM、ROM 或磁片或光碟中儲存的程式化指令控制 FIB 系統 2110。所述記憶體可以自動或半自動的方式儲存用於進行上述方法的指令。可以通過軟體識別來自 SEM 的圖像以決定何時繼續處理，何時停止處理，和在哪放置用於銑削的束。

【0057】 例如，用戶可以在顯示幕上使用定點設備記述感興趣區域，然後該系統可以自動進行下文中描述的步驟以提取樣品。在一些實施方案中，FIB 系統 2110 併入圖像識別軟體，例如可商購自 Cognex Corporation, Natick, Massachusetts

的軟體，以自動識別感興趣區域，然後該系統可以根據本發明手動或自動提取樣品。例如，該系統可以自動地將類似部件放置在半導體晶片（包括多個器件）上，並且從在不同的（或相同的）器件上的那些部件取樣。

【0058】 離子泵 2128 用於抽空上頸部件 2112。在真空控制器 2132 的控制下採用渦輪分子和機械泵抽系統 2130 抽空下室 2126。該真空系統在下室 2126 內提供大約 1×10^{-7} Torr (1.3×10^{-7} mbar) 至 5×10^{-4} Torr (6.7×10^{-4} mbar) 的真空。對於沉積前驅物氣體或如果使用蝕刻協助氣體或蝕刻阻滯氣體的話，可以提升室背景壓力，通常至約 1×10^{-5} Torr (1.3×10^{-5} mbar)。

【0059】 將高壓電源 2134 連接至液體金屬離子源 2114，並佔用用於形成大約 1 keV 至 60 keV 離子束 2118 並將其導向樣品的離子束聚焦柱 2116 中的電極。根據由圖案產生器 2138 提供的規定圖案操作的偏轉控制器和放大器 2136 耦聯至偏轉板 2120，其中由圖案產生器 2138 提供的離子束 2118 耦聯至偏轉板 2120，其中可以手動或自動控制離子束 2118 以在工件 2122 的上表面上探尋出相應的圖案。在一些系統中，如本領域中熟知的將偏轉板置於最後的透鏡前。當消隱控制器 (blanking controller)（未示出）施加消隱電壓至消隱電極時，離子束聚焦柱 2116 內的束消隱電極（未示出）導致離子束 2118 撞擊到消隱孔 (blanking aperture)（未示出）上而非目標 2122。

【0060】 液體金屬離子源 2114 通常提供銻的金屬離子束。該源通常能夠聚焦到工件 2122 上的十分之一微米寬的子

束中，用於通過離子銑削、改進的蝕刻、材料沉積改進工件 2122，或出於使工件 2122 顯像的目的。如果期望的話，帶電粒子檢測器 2140 可以用於檢測待連接至視頻電路 2142（向視頻監控器 2144 提供驅動信號）的二次離子或電子發射並接收來自控制器 2119 的偏轉信號。

【0061】 在下室 2126 內放置帶電粒子檢測器 2140 能夠在不同的實施方案中變化。例如，帶電粒子檢測器 2140 可以與離子束同軸並且包括用於使離子束通過的洞。在其他實施方案中，二次粒子可以通過最後的透鏡收集，然後脫離軸用於收集。掃描電子顯微鏡 (SEM) 2141 與其電源和控制 2145 一起任選地與 FIB 系統 2110 一起提供。

【0062】 氣體遞送系統 2146 延伸進入下室 2126 用於將蒸汽引入並導向工件 2122。受讓給本發明受讓人的 Casella 等人的美國專利 No. 5,851,413（“Gas Delivery Systems for Particle Beam Processing,”）描述合適的氣體遞送系統 2146。在也受讓給本發明受讓人的 Rasmussen 的美國專利 No. 5,435,850（“Gas Injection System,”）中描述另一氣體遞送系統。例如，可以遞送碘以改善蝕刻，或可以遞送金屬有機化合物以沉積金屬。

【0063】 顯微操縱器 2147，例如本發明的受讓人 FEI, Hillsboro, OR 的 EasyLift 顯微操縱器可以精確地移動真空室內的物體。顯微操縱器 2147 可以包括位於真空室外部的精密電動機 2148 以提供位於真空室內的部件 2149 的 X、Y、Z，和 θ 控制。顯微操縱器 2147 可以與用於操縱小物體的不同的

末端執行器匹配。在下述實施方案中，末端執行器為薄探針 2150。薄探針 2150 可以電連接至系統控制器 2119 以將電荷施加至探針 2150 從而控制樣品和探針之間的引力。

【0064】 打開門 2160 用於將工件 2122 插入到 X-Y 台 2124 上，X-Y 台 2124 可以被加熱或冷卻，並且還用於服務內部供氣儲室（如果使用的話）。可以將門聯鎖從而在系統在真空下的情況下其不能打開。在一些實施方案中，可以使用大氣晶片作業系統。高壓電源提供適當的加速電壓至在用於激發和聚焦離子束 2118 的離子束聚焦柱 2116 中的電極。當其撞擊工件 2122 時，材料從樣品濺射，其為物理噴射。或者，離子束 2118 能夠分解前驅物氣體以沉積材料。聚焦的離子束系統是可商購的，例如來自 FEI Company, Hillsboro, Oregon（本申請的受讓人）。儘管上文提供合適的硬體的實例，本發明不限於以硬體的任何特定類型實施。

【0065】 在這個實施方案中，可以通過形成兩個或更多個不同的層的保護蓋封材料進行材料沉積。用戶可以首先選擇沉積“較軟”材料以與下方基材直接接觸，然後可以將第二“較硬”層沉積在第一層上。較硬頂層耐來自離子束的侵蝕，而較軟底層會防止截面處理後生物。特別地，如果可以選擇底層匹配下方材料的濺射速率，則可以最小化截面處理後生物的危險。在其他情況下，可以顛倒順序，其中首先沉積較硬材料，然後較軟的材料。當 FIB 銑削硬材料例如金剛石、碳或碳化矽時，該佈置可能是優選的。

【0066】 例如，如圖 22 中所示，片層基材 1200 具有材料

的保護層（具有底層 1202），底層 1202 首先首選使用電子束誘導沉積(EBID)沉積到基材 1200 的上表面以防止對感興趣區域主要位於其中的上表面附近的基材 1200 的上部區域的損壞。替代方案是使用低能量(<8 keV) IBID，其還導致對上表面的非常低的損壞。在一些過程中，使用低能量 FIB 沉積，而非 EBID。選擇該第一底層材料 1202 來盡可能密切地匹配基材 1200 的材料的蝕刻速率，特別是在<5kV FIB @偏離掠射角 10-45 度的操作方案中。對於矽(Si)-基樣品，該底層 1202 首選為氧化矽材料類型例如 TEOS (IDEP)、TEOS+H₂O (IDEP2)、TEOS+O₂、HMCHS、HMCHS+O₂ (IDEP3)、HMCHS/H₂O 和 HMCHS/N₂O、TMCTS、TMCTS+O₂ 和/或 TMCTS/H₂O、TMCTS/N₂O。然後，使用離子束誘導的沉積(IBID)將頂層材料 1204 沉積在底層 1202 上。選擇頂層材料 1204 以具有比基材 1200 的材料更低的蝕刻速率從而在片層薄化過程中提供保護並防止在樣品外表面上形成後生物。

【0067】 如果期望的話，可以沉積多於一個頂層。所述一個或多個頂層首選為鎢、碳或鉑。作為一個實例，碳具有對低 kV FIB 銑削而言優異的阻力，其用於良好的保護，但具有可能包裹片層的顯著的內應力。因此，純碳層不是期望的。然而，如圖 23 中所示，基材 1300 具有保護層，其包括類似於參照圖 22 討論的層 1202 的材料的底層 1302。在較厚的鎢層 1306（例如，大約 400 nm）上的薄碳層 1304（例如在 30 kV 處理之後的 100 nm 的 C 層）存在比僅單獨的鎢更好的低 kV FIB 放射，並且鎢對片層提供硬度。在 35 度掠過範圍中，其

爲 FIB 束與片層側壁的角度，矽基材蝕刻速率比通常導致高爾夫球釘效應的鎢顯著提高，高爾夫球釘效應使片層頂部比在樣品表面下方幾百奈米的區域厚得多。在下表中可以看見矽和鎢的依賴角度的濺射速率的定性曲線。

【0068】 下表 1 和 2 示出來自 5 kV 鎢離子的濺射和體積產率。表 1 和 2 中的資料在圖 27A 和 27B 中繪圖。

角度	濺射產率(SRIM)		體積產率，nm ³ /離子	
	Si	W	Si	W
45	4.08	6.82	6.44E-05	1.37E-04
50	5.01	7.07	7.90E-05	1.42E-04
55	6.46	7.14	1.02E-04	1.43E-04
60	8.14	7.24	1.28E-04	1.45E-04
62	8.87	7.17	1.40E-04	1.44E-04
64	9.4	7.6	1.48E-04	1.53E-04
66	10.08	7.53	1.59E-04	1.51E-04
68	10.99	7.54	1.73E-04	1.51E-04
70	11.6	7.44	1.83E-04	1.49E-04
75	12.94	7.29	2.04E-04	1.46E-04
80	13.22	6.55	2.09E-04	1.32E-04
82	12.63	6.1	1.99E-04	1.23E-04
84	12.09	5.65	1.91E-04	1.14E-04
85	11.47	5.47	1.81E-04	1.10E-04
86	10.68	5.04	1.69E-04	1.01E-04
87	9.992	4.72	1.58E-04	9.48E-05

表 1

	以 45°相對於 Si 的濺射速率	
角度	Si	W
45	1.00	2.13
40	1.23	2.21
35	1.58	2.23
30	2.00	2.26
28	2.17	2.24
26	2.30	2.37
24	2.47	2.35
22	2.69	2.35
20	2.84	2.32
15	3.17	2.28
10	3.24	2.04
8	3.10	1.90
6	2.96	1.76
5	2.81	1.71
4	2.62	1.57
3	2.45	1.47

表 2

【0069】 在多層沉積策略的另一實施方案中，多個層可以沉積在交替構造中。不同沉積材料的堆疊多層可以導致獲得平均起來具有介於兩個單獨組份中間的性質的層。通過調節各個組份的厚度以及層總數，用戶可以實現一定程度的調節能力，以實現期望的層性質。通常，期望的膜性質為各個組份的中間值。例如，如果對於特定應用，鉑過於軟且碳過於硬，則交替的鉑和碳沉積的多層沉積對於各個組份的任一個

的均勻層可能是優選的。

【0070】 圖 24 示出其中基材 1400 包括具有材料的交替層 1404、1406 的保護層 1402 的材料沉積的此類實施方案，其中通過使用分開的氣體化學品沉積材料的交替的薄層 1404、1406 來“調節”保護層材料 1402 的蝕刻速率，這樣形成蝕刻速率在各個組份的蝕刻速率之間的交替的“百匯樣式”宏觀結構。

【0071】 圖 25 示出具有擁有分開的層的犧牲保護層 1502 的基材 1500 的圖像，犧牲保護層 1502 包括用於目測基材 1500 頂部和保護層 1502 之間的輪廓的鎢層 1504、SEM 沉積的氧化矽的犧牲層 1506 和鎢的頂層 1508。如可以看見的，在薄化之後，“高爾夫球釘”效應發生在犧牲保護層 1502 內並且不在基材 1500 內。

【0072】 圖 26 示出具有 EBID TEOS 層、IBID 鎢層、和 IBID 碳層的矽片層。

【0073】 在圖 12-16 的實施方案中，具有與基材樣品的蝕刻速率類似的犧牲保護層將高爾夫球釘向上移動到保護層中並從包括用於觀察和分析的感興趣區域的基材頂部移走。

【0074】 如圖 28 中所示，本發明提供其中樣品在 1600 載入到選定束系統中的材料沉積方法。提供至少兩種前驅物氣體用於材料沉積 1602。在判定塊 1604 中，確定是否沉積材料在不同的層中或作為複合層。如果沉積不同的層 1606，將第一層沉積在樣品 1608 上，然後沉積另一層 1610。如果只沉積兩層，在 1616 確定結束的判定 1612，並且該過程完成 1618。

如果沉積多於兩層，則做出判定不結束 1614 並且該過程轉到塊 1608 並且繼續直到確定結束 1616 和完成該過程 1618。如果沉積複合層 1620，則根據確定的方案混合至少兩種前驅物氣體 1622 並且沉積複合層 1624 到樣品上並且該過程結束 1626。

【0075】 一些實施方案提供用帶電粒子束處理工件以曝露用於觀察的感興趣區域的方法，其包括：
在工件表面提供至少兩種前驅物氣體；
將帶電粒子束導向基材以在感興趣區域上方從至少兩種前驅物氣體誘導保護層的沉積，該保護層由至少兩種具有不同濺射速率的材料構成，所述至少兩種材料通過至少兩種不同的前驅物氣體的分解沉積；和
將帶電粒子束導向基材以銑削保護層從而曝露在保護層下方的感興趣區域。

【0076】 在一些實施方案中，在工件表面提供至少兩種前驅物氣體包括同時提供至少兩種前驅物氣體。

【0077】 在一些實施方案中，在工件表面提供至少兩種前驅物氣體包括順序地提供至少兩種前驅物氣體。

【0078】 在一些實施方案中，在工件表面提供至少兩種前驅物氣體和將帶電粒子束導向基材以從至少兩種前驅物氣體誘導保護層的沉積，其包括：
在工件表面提供第一前驅物氣體；
將帶電粒子束導向基材以從第一前驅物氣體誘導具有第一濺射速率的第一材料的沉積；

在工件表面提供第二前驅物氣體；和
將帶電粒子束導向基材以從第二前驅物氣體誘導具有第二濺射速率的第二材料的沉積；

從而產生具有第一材料層和第二材料層的保護層。

【0079】 在一些實施方案中，第一材料包含氧化矽。

【0080】 在一些實施方案中，第二材料包含鎢、碳或鉑。

【0081】 在一些實施方案中，保護層包含各材料的交替層。

【0082】 在一些實施方案中，第一材料的濺射速率匹配工件的濺射速率，第二材料的濺射速率低於第一材料的濺射速率。

【0083】 在一些實施方案中，在工件表面提供至少兩種前驅物氣體包括提供多個氣體類型的混合物。

【0084】 在一些實施方案中，所述多個氣體類型的混合物包括鉑前驅物和碳前驅物的混合物。

【0085】 在一些實施方案中，所述多個氣體類型的混合物包括鉑前驅物和氧化矽前驅物的混合物。

【0086】 在一些實施方案中，多個氣體類型在多個氣體類型的混合物中的相對量在保護層的沉積期間變化，從而提供組成在保護層的不同深度處不同的保護層。

【0087】 在一些實施方案中，保護層在工件表面的部分比保護層的頂部更軟。

【0088】 在一些實施方案中，將帶電粒子束導向基材以銑削保護層從而曝露在保護層下方的感興趣區域包括產生厚度

低於 200 nm 的片層。

【0089】 在一些實施方案中，將帶電粒子束導向基材以銑削保護層從而曝露在保護層下方的感興趣區域包括產生用於在掃描電子顯微鏡上觀察的工件的一部分的截面。

【0090】 一些實施方案提供用於分析工件的聚焦離子束系統，其包括：

包括離子束源的離子束系統；

用於聚焦離子束到基材上的離子光柱；

用於在工件表面提供前驅物氣體的氣體源；

用於根據儲存指令控制聚焦離子束系統的處理器；和

儲存用於進行上述方法的電腦指令的電腦可讀的記憶體。

【0091】 儘管上文的描述主要涉及保護層的沉積，但方法是穩定的可重複的，因此適合自動化，應該意識到進行該方法的操作的裝置進一步在本發明的範圍內。儘管已經敘述採用雙束系統進行的材料沉積方法，但應該理解為本文中所述的材料沉積方法可以通過任何離子極性的獨立操作的 SEM 系統或獨立操作的 FIB 系統進行。應該進一步理解為大部分束沉積不完全純，還可以包含“雜質”（例如前驅物碎片）、煙併入、孔隙和密度變化，這可以導致從濺射硬度的理論模型的偏離。此外，應該意識到本發明的實施方案能夠通過電腦硬體或軟體或兩者的組合執行。所述方法可以根據本說明書中所述的方法和圖在電腦程式中使用標準程式化技術—包括由電腦程式構造的電腦可讀的儲存媒體—執行，其中儲存媒體構造成使電腦以特定的和預定方式實施。可以高水準程式

化的或物件導向的程式設計語言執行每個程式以與電腦系統聯通。然而，如果期望的話，可以組合語言或機器語言執行程式。在任何情況下，語言可以是編譯語言或解釋語言。此外，程式可以在出於此目的而程式設計的指定積體電路上運行。

【0092】 本發明的優選方法或裝置具有很多新方面，並且由於本發明能夠出於不同目的以不同的方法或裝置實施，因此並非每個方面都需要在每個實施方案中呈現。此外所述的實施方案的很多方面都可以分開地具有專利性。本發明具有寬應用性並且可以提供在上文實施例中描述和示出的很多益處。所述實施方案極大地取決於特定應用而變化，並且並非每個實施方案都提供全部益處並且滿足本發明可實現的全部目的。

【0093】 應該意識到本發明的實施方案可以通過電腦硬體、硬體和軟體的組合、或通過非暫時性電腦可讀的記憶體中儲存的電腦指令實施。所述方法可以根據本說明書中所述的方法和圖在電腦程式中使用標準程式設計技術—包括構造有電腦程式的非暫時性電腦可讀的儲存媒體—實施，其中所述儲存媒體構造成使電腦以特定和預定方式運行。每個程式可以高水準程式化的或物件導向的程式設計語言實施以與電腦系統聯通。然而，如果期望的話，所述程式可以組合語言或機器語言實施。在任何情況下，所述語言可以為編譯語言或解釋語言。此外，程式可以在出於此目的程式設計的特定積體電路上運行。

【0094】 此外，可以任何類型的計算平臺包括但不限於個人電腦、微型電腦、大型主機、工作站、聯網或分散式運算環境實施方案，電腦平臺與帶電粒子工具或其他顯像裝置等分開、集成或聯通。本發明的各方面可以在非暫時性儲存媒體或裝置（無論是與電腦平臺可移動或集成，例如硬碟、光學讀和/或寫儲存媒體、RAM、ROM等）上儲存的機器可讀的代碼中實施，從而其可通過可程式設計電腦讀取，用於當通過電腦讀取儲存媒體或設備時構造和操作電腦以進行本文中所述的程式。此外，機器可讀的編碼或其一部分可以經有線或無線網路傳輸。當此類媒體包含用於實施上述步驟的指令或程式以及微處理器或其他資料處理器時，本文中所述的本發明包括這些和其他各種類型的非暫時性電腦可讀的儲存媒體。當根據本文所述的方法和技術程式設計時，本發明還包括電腦本身。

【0095】 本申請中可交換使用術語“工件”、“樣品”、“基材”和“試樣”，除非另外指明。此外，無論何時在本文中使用術語“自動”、“自動化”或類似術語，這些術語都理解為包括自動的或自動化過程或步驟的手動啟動。

【0096】 在接下來的討論和申請專利範圍中，以開放方式使用術語“包括”和“包含”，因此應該解釋為是指“包括但不限於”。在任何術語沒有在本說明書中具體限定的情況下，該術語意欲提供其平實和普通的含義。附圖意欲幫助理解本發明，除非另外指明，並非按比例繪製。適合進行本發明的粒子束系統可商購自例如本申請的受讓人 FEI Company。

【0097】 儘管詳細描述了本發明和其優點，但應該理解為可以對本文中所述的實施方案在不脫離所附申請專利範圍定義的本發明的範圍的情況下做出各種變化、替換和改變。此外，本申請的範圍並非意在限制成本說明書中所述的物質、手段、方法和步驟的過程、機器、製造、組成的特定實施方案。作為本領域普通技術人員，從本發明的公開內容會容易地理解，可以根據本發明使用進行基本上相同的功能或實現基本上相同結果的已經存在的或稍後開發的物質、手段、方法或步驟的過程、機器、製造、組成作為本文中所述相應的實施方案。因此，所附申請專利範圍意欲在它們的範圍內包括此類物質、手段、方法或步驟的過程、機器、製造、組成。

【符號說明】

【0098】

- 22 保護層
- 23 樣品體的上表面
- 24、25 銑削區域
- 26 樣品區
- 30、36 片層樣品
- 32 保護蓋
- 34 金剛石基材
- 38 硬碳蓋
- 40 軟銅基材
- 42 伐倒切口

- 44、46 矽基材的樣品
- 50 TEM 樣品
- 52 鎢保護層
- 100 束系統
- 102 樣品真空室
- 104 樣品台
- 106 工件
- 110 束
- 112 帶電粒子束柱
- 113 帶電粒子源
- 114 聚焦透鏡
- 116 偏轉器
- 120 高真空葉片泵
- 122 前級泵
- 124 排氣口
- 130 可縮進針
- 131 氣體儲室
- 132 MGIS 閥
- 133 導管
- 134 調節閥
- 136 截止閥
- 138 真空泵
- 140 MGIS 真空導管
- 142 MGIS 真空閥

- 200、206、210 基材
- 202、208 保護層
- 212 C-Pt 材料
- 250、260 工件
- 252 硬沉積層
- 254、264 下方基材
- 256、266 過孔
- 262 軟蓋封層
- 280 工件樣品
- 281、291 矽基材
- 282、292 複合層
- 283、293 FIB-銑削的過孔
- 1200、1300、1400、1500 片層基材
- 1202、1302 底層
- 1204 頂層材料
- 1304 薄碳層
- 1306、1504 鎢層
- 1402、1502 保護層
- 1404、1406 薄層
- 1506 犧牲層
- 1508 鎢的頂層
- 2110 FIB/SEM 系統 2110
- 2112 上頸部件
- 2114 液體金屬離子源

- 2116 離子束聚焦柱
- 2118 離子束
- 2119 系統控制器
- 2120 偏轉板
- 2122 基材或工件
- 2124 台
- 2126 在下室
- 2128 離子泵
- 2130 機械泵抽系統
- 2132 真空控制器
- 2134 高壓電源
- 2136 放大器
- 2138 圖案產生器
- 2140 帶電粒子檢測器
- 2141 掃描電子顯微鏡(SEM)
- 2142 視頻電路
- 2144 視頻監控器
- 2145 電源和控制
- 2146 氣體遞送系統
- 2147 顯微操縱器
- 2148 精密電動機
- 2149 真空室內的部件
- 2150 薄探針
- 2160 打開門

申請專利範圍

1. 一種用帶電粒子束處理工件以曝露用於觀察的感興趣區域的方法，其包括：

在工件表面提供至少兩種前驅物氣體；

將帶電粒子束導向基材以在所述感興趣區域上方從至少兩種前驅物氣體誘導保護層的沉積，所述保護層由至少兩種具有不同濺射速率的材料構成，通過至少兩種不同的前驅物氣體的分解使所述至少兩種材料沉積；和

將帶電粒子束導向基材以銑削所述保護層從而曝露在保護層下方的感興趣區域，其中所述保護層包括所述至少兩種材料的一複合混合物，或所述至少兩種材料的交替層。

2. 如請求項 1 的方法，其中在工件表面提供至少兩種前驅物氣體包括同時提供所述至少兩種前驅物氣體。

3. 如請求項 1 的方法，其中在工件表面提供至少兩種前驅物氣體包括順序地提供所述至少兩種前驅物氣體。

4. 如請求項 1 的方法，其中在工件表面提供至少兩種前驅物氣體和將帶電粒子束導向基材以從所述至少兩種前驅物氣體誘導保護層的沉積，其包括

在工件表面提供第一前驅物氣體；

將帶電粒子束導向基材以從第一前驅物氣體誘導具有第一濺射速率的第一材料的沉積；

在工件表面提供第二前驅物氣體；

將帶電粒子束導向基材以從第二前驅物氣體誘導具有第二濺射速率的第二材料的沉積；

在所述工件表面提供所述第一前驅物氣體；和

將帶電粒子束導向基材以從第一前驅物氣體誘導所述第一材料沉積在所述第二材料上；

從而產生具有所述第一材料和第二材料的交替層的一保護層。

5. 如請求項 4 的方法，其中所述第一材料包含氧化矽。

6. 如請求項 4 或 5 的方法，其中所述第二材料包含鎢、碳或鉑。

7. 如請求項 4 或 5 的方法，其中所述保護層包含各材料的交替層。

8. 如請求項 4 或 5 的方法，其中所述第一材料的濺射速率匹配工件的濺射速率，第二材料的濺射速率低於第一材料的濺射速率。

9. 如請求項 1 的方法，其中在工件表面提供至少兩種前驅物氣體包括提供多個氣體類型的混合物而沉積所述至少兩種材料的所述複合混合物。

10. 如請求項 9 的方法，其中所述多個氣體類型的混合物包括鉑前驅物和碳前驅物的混合物。

11. 如請求項 9 的方法，其中所述多個氣體類型的混合物包括鉑前驅物和氧化矽前驅物的混合物。

12. 如請求項 9 至 11 任一項的方法，其中所述多個氣體類型在多個氣體類型混合物中的相對量在保護層的沉積期間變化，從而提供組成在保護層的不同深度處不同的保護層。

13. 如請求項 1 至 4 或 9 至 11 任一項的方法，其中保護層在工件表面上的部分比保護層頂部更軟。

14. 如請求項 1 至 4 或 9 至 11 任一項的方法，其中將帶電粒子束導向基材以銑削保護層從而曝露在保護層下方的感興趣區域包括產生厚度低於 200 nm 的片層。

15. 如請求項 1 至 4 或 9 至 11 任一項的方法，其中將帶電粒子束導向基材以銑削保護層從而曝露在保護層下方的感興趣區域包括產生用於在掃描電子顯微鏡上觀察的工件的一部分的截面。

16. 一種用於分析工件的聚焦離子束系統，其包括：
包括離子束源的離子束系統；

用於聚焦離子束到基材上的離子光柱；

用於在工件表面提供前驅物氣體的氣體源；

用於根據儲存指令控制聚焦離子束系統的處理器；和

儲存用於進行如請求項 1 至 4 或 9 至 11 任一項的方法的
電腦指令的電腦可讀的記憶體。

圖式

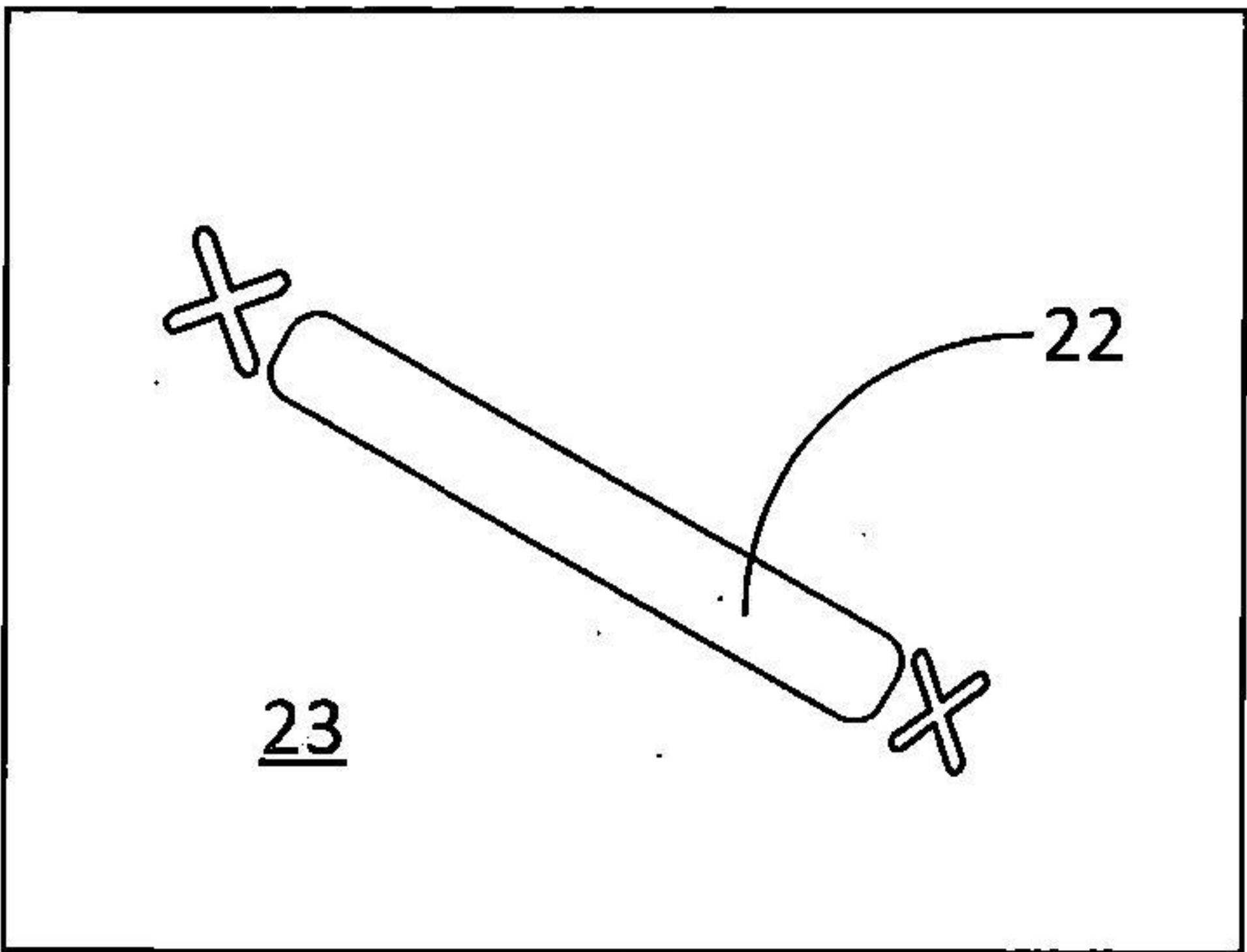


圖 1

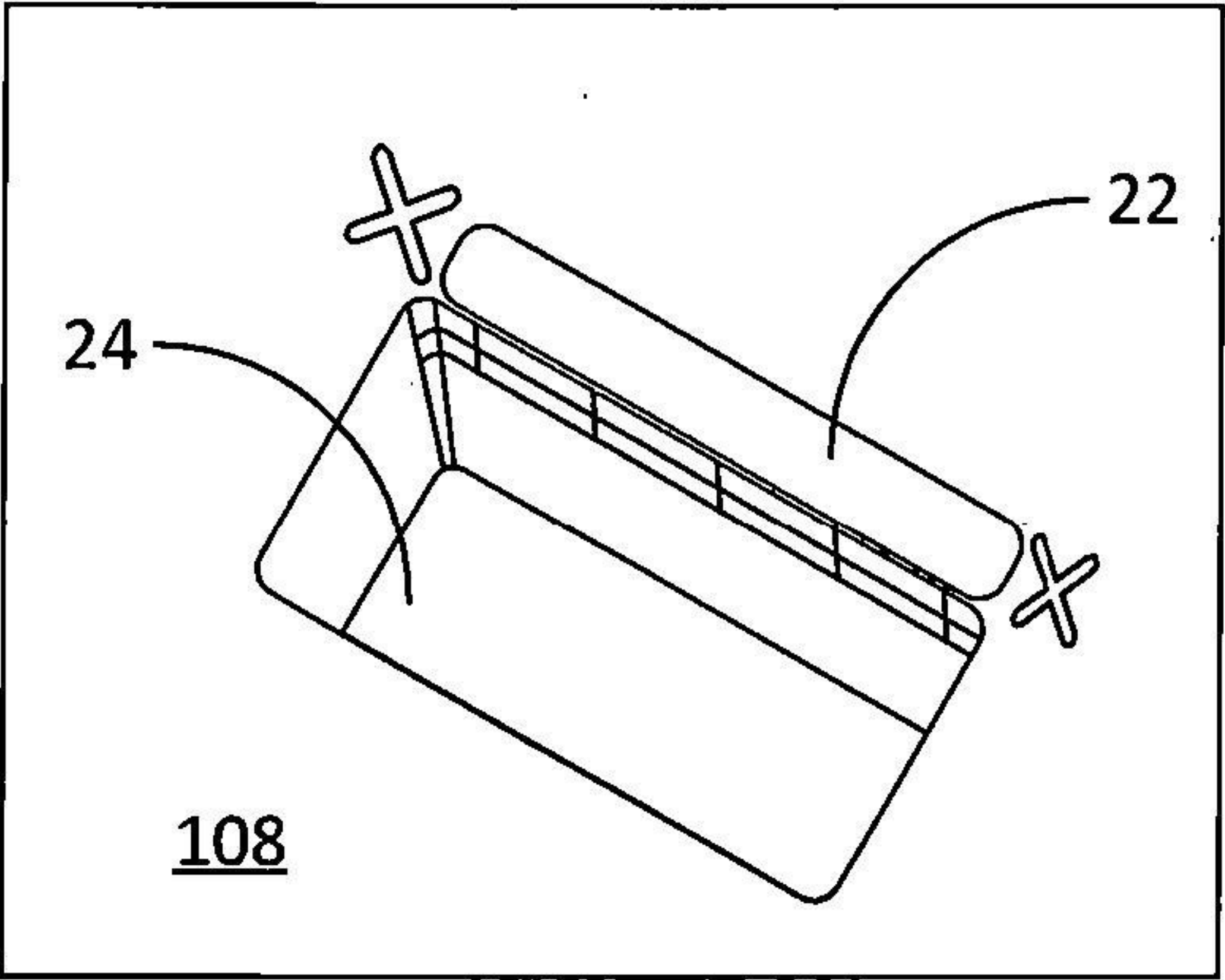


圖 2

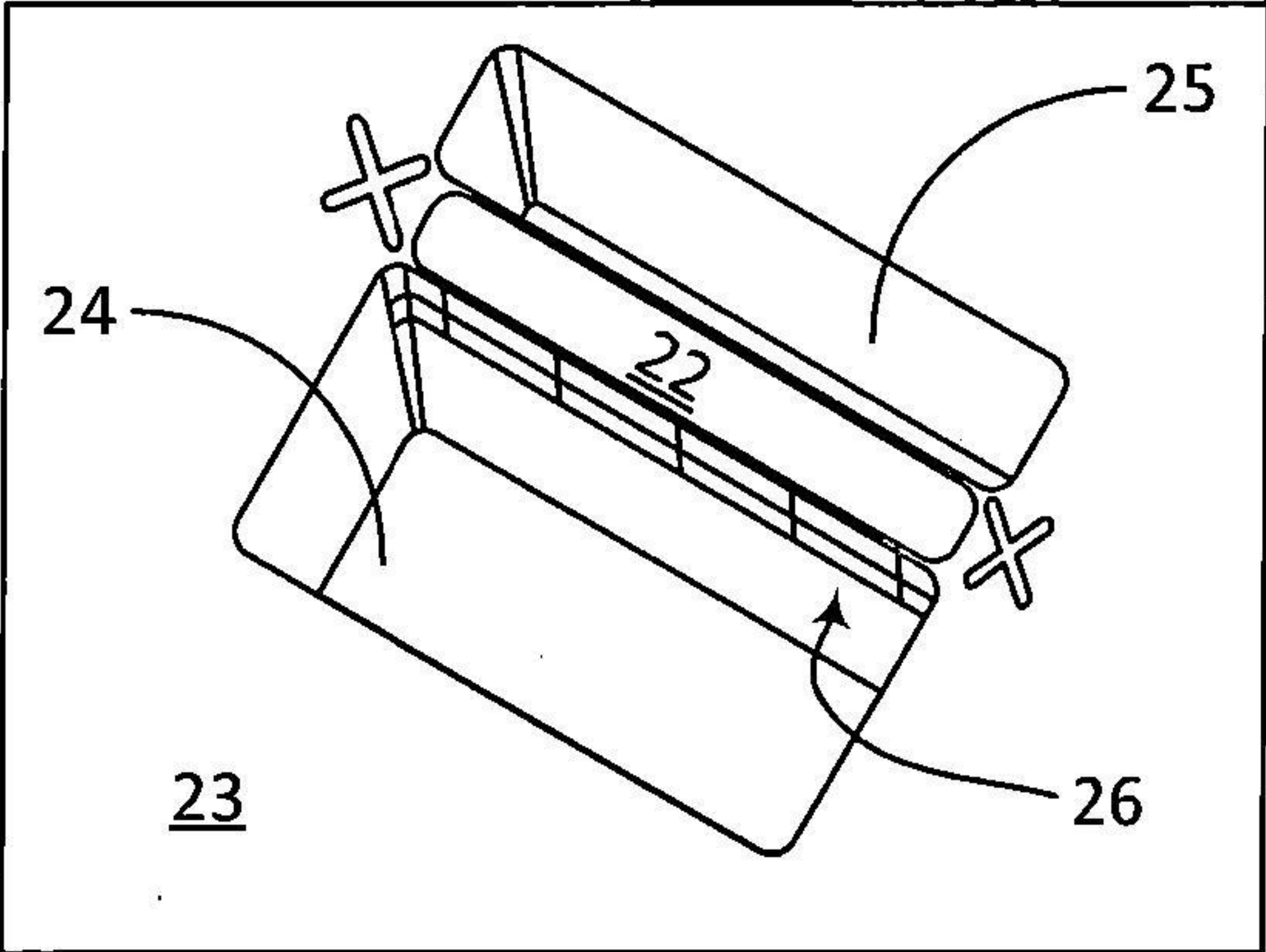


圖 3

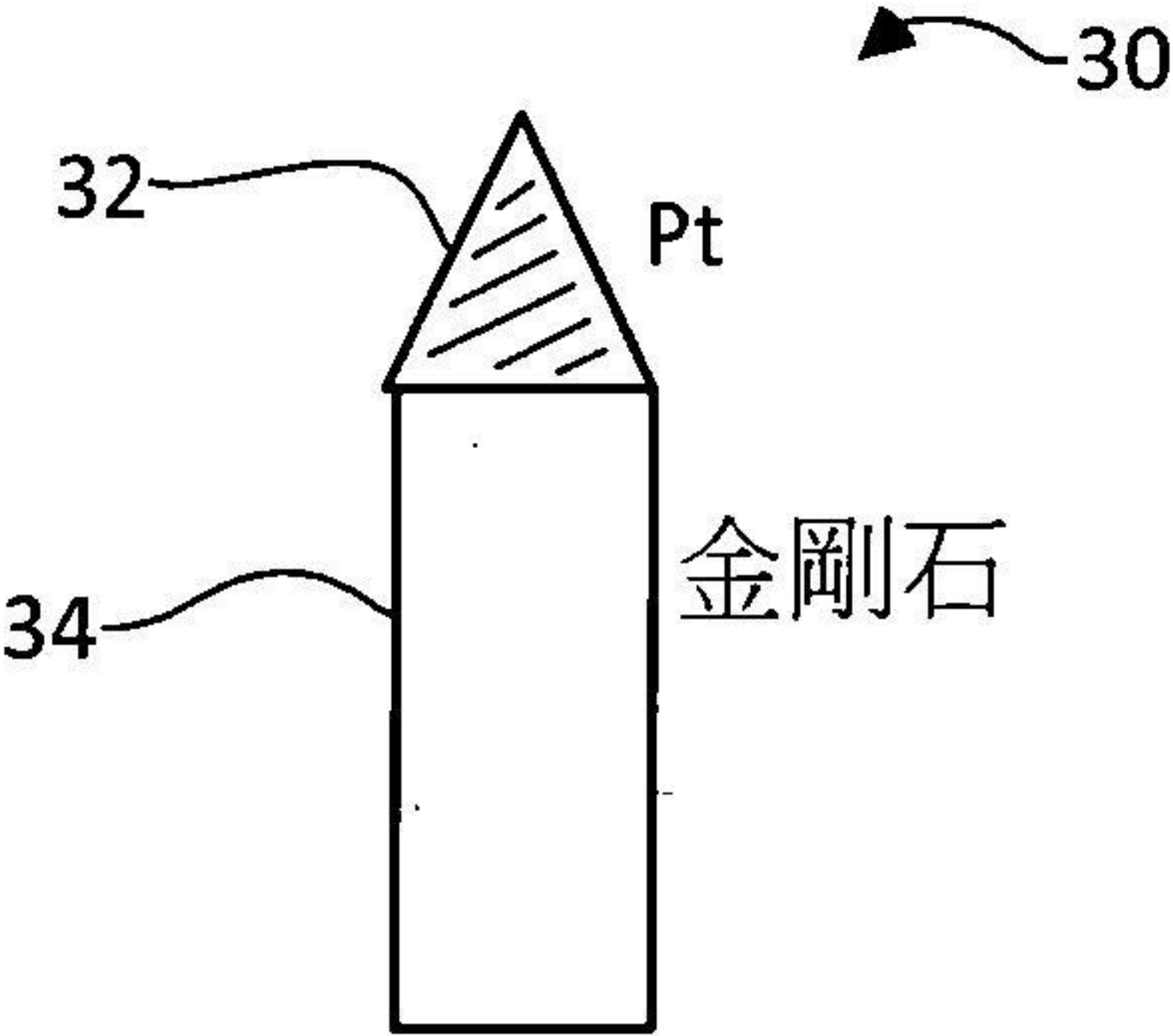


圖 4

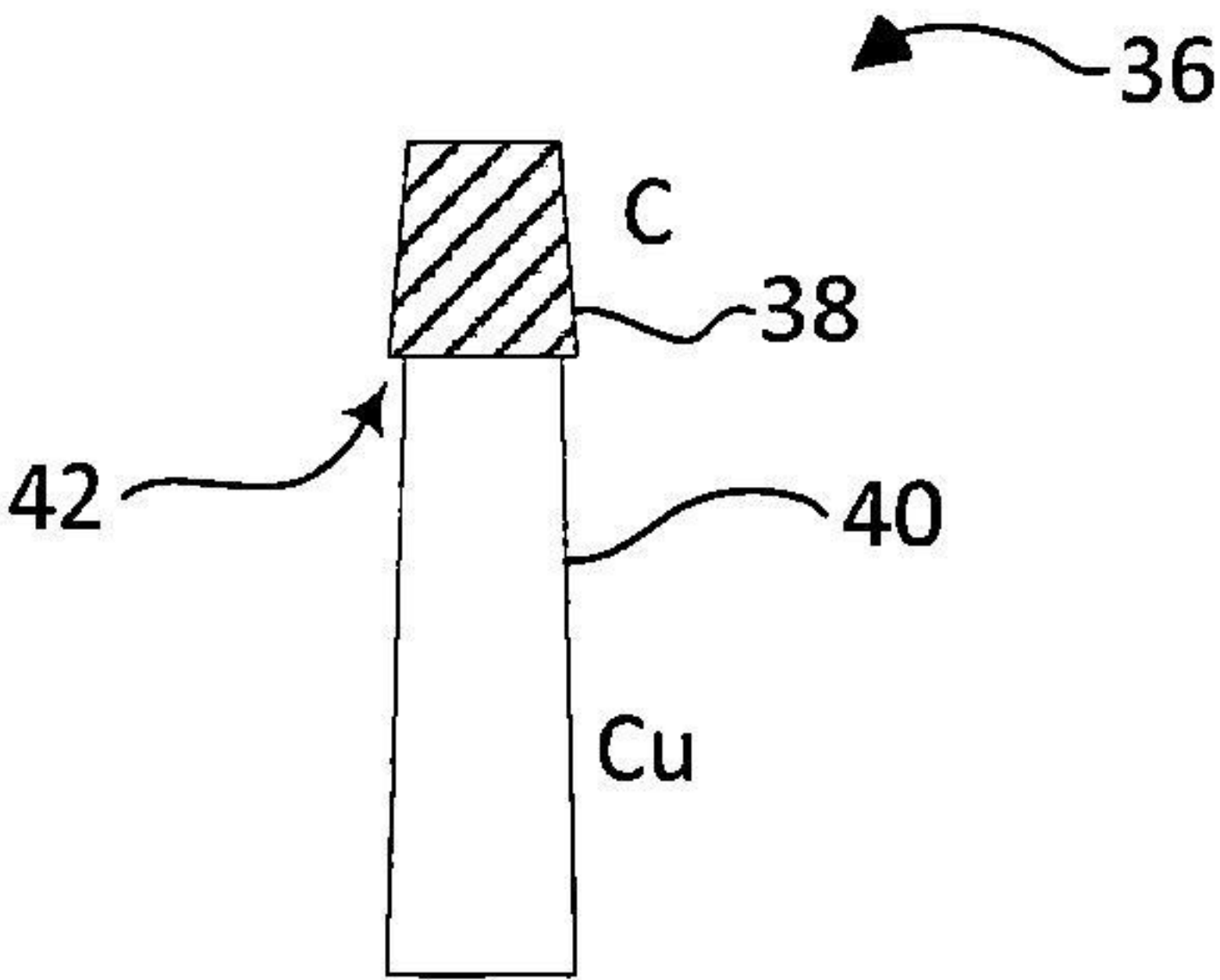


圖 5

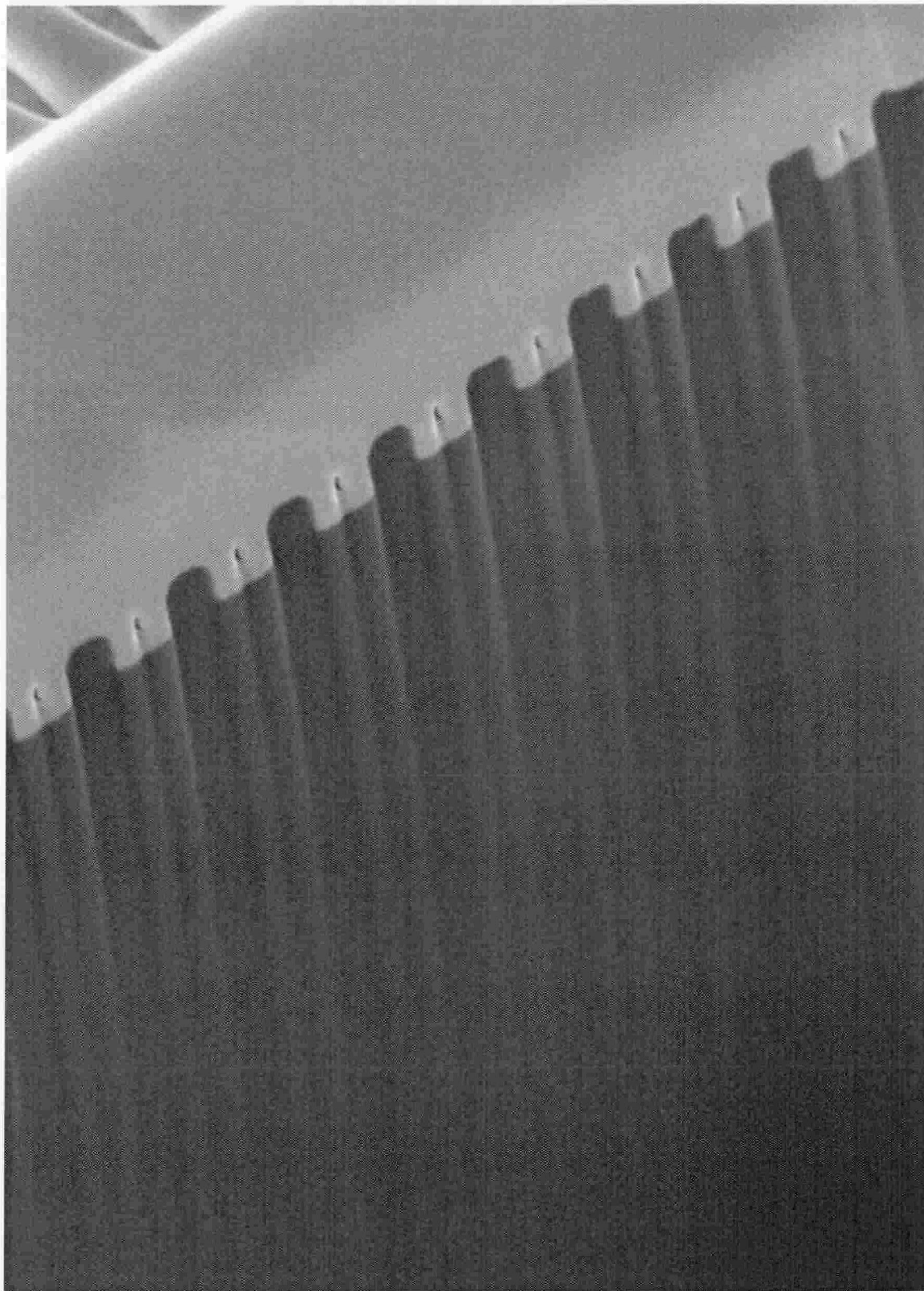


圖 6

44

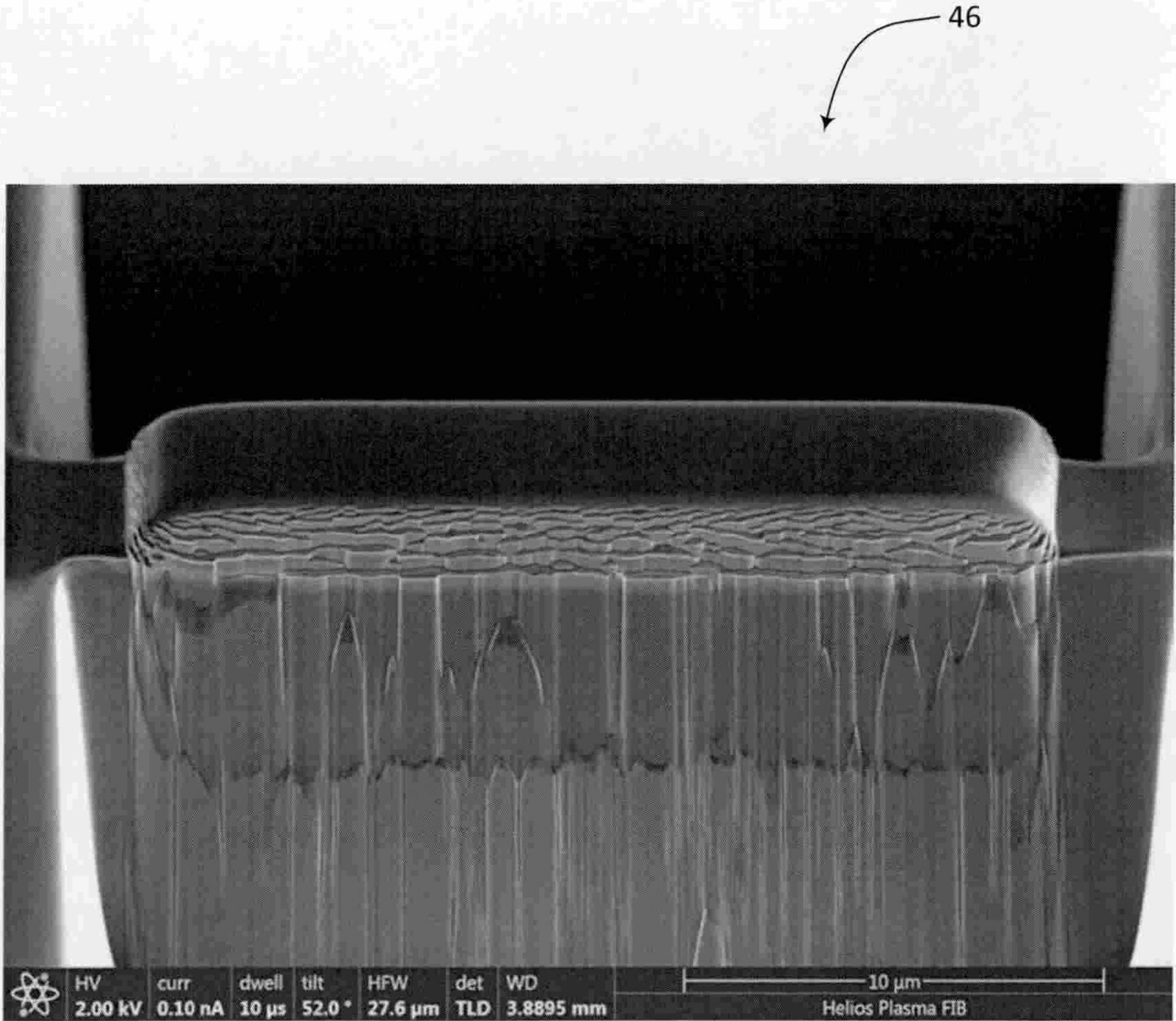


圖 7

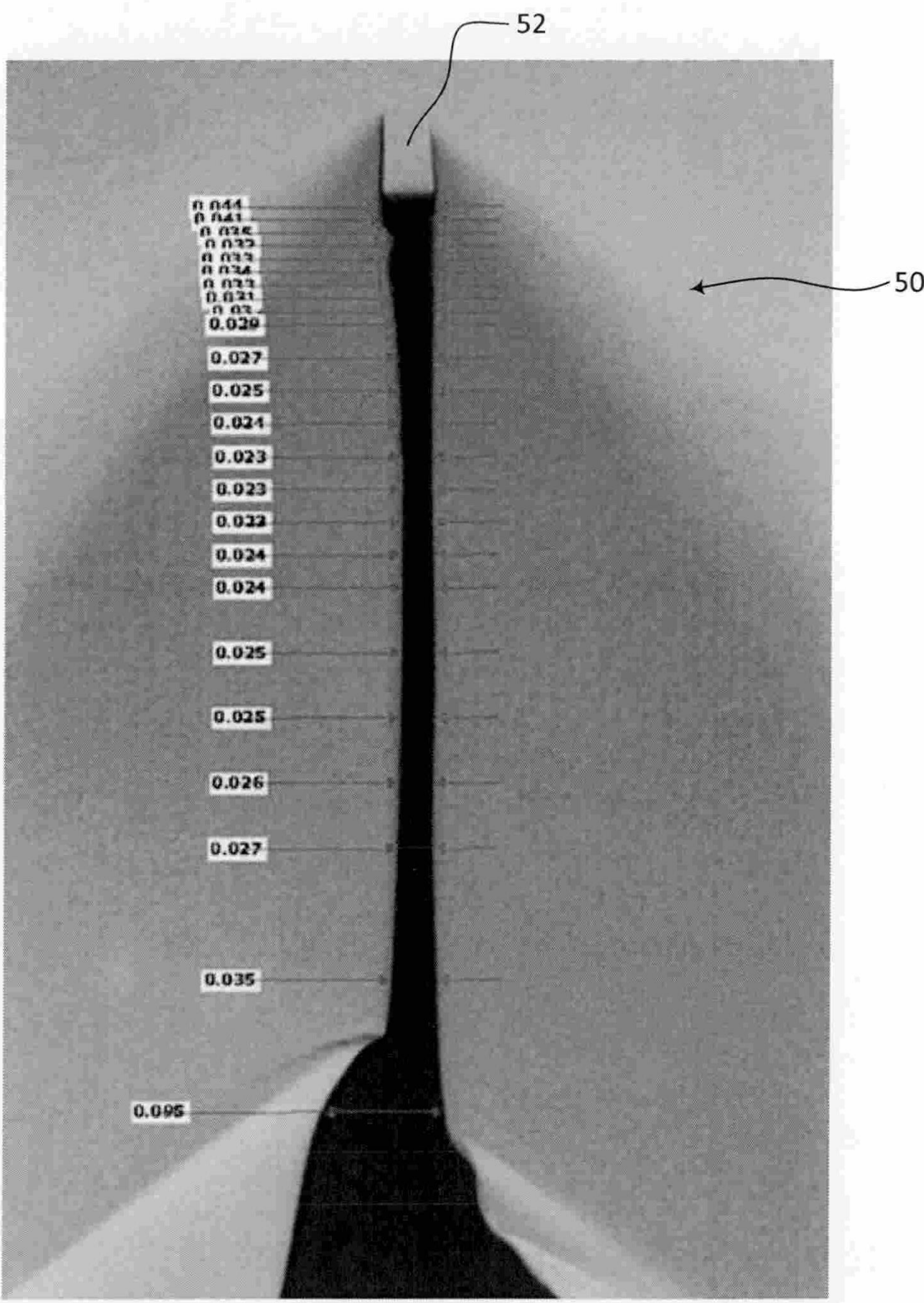


圖 8

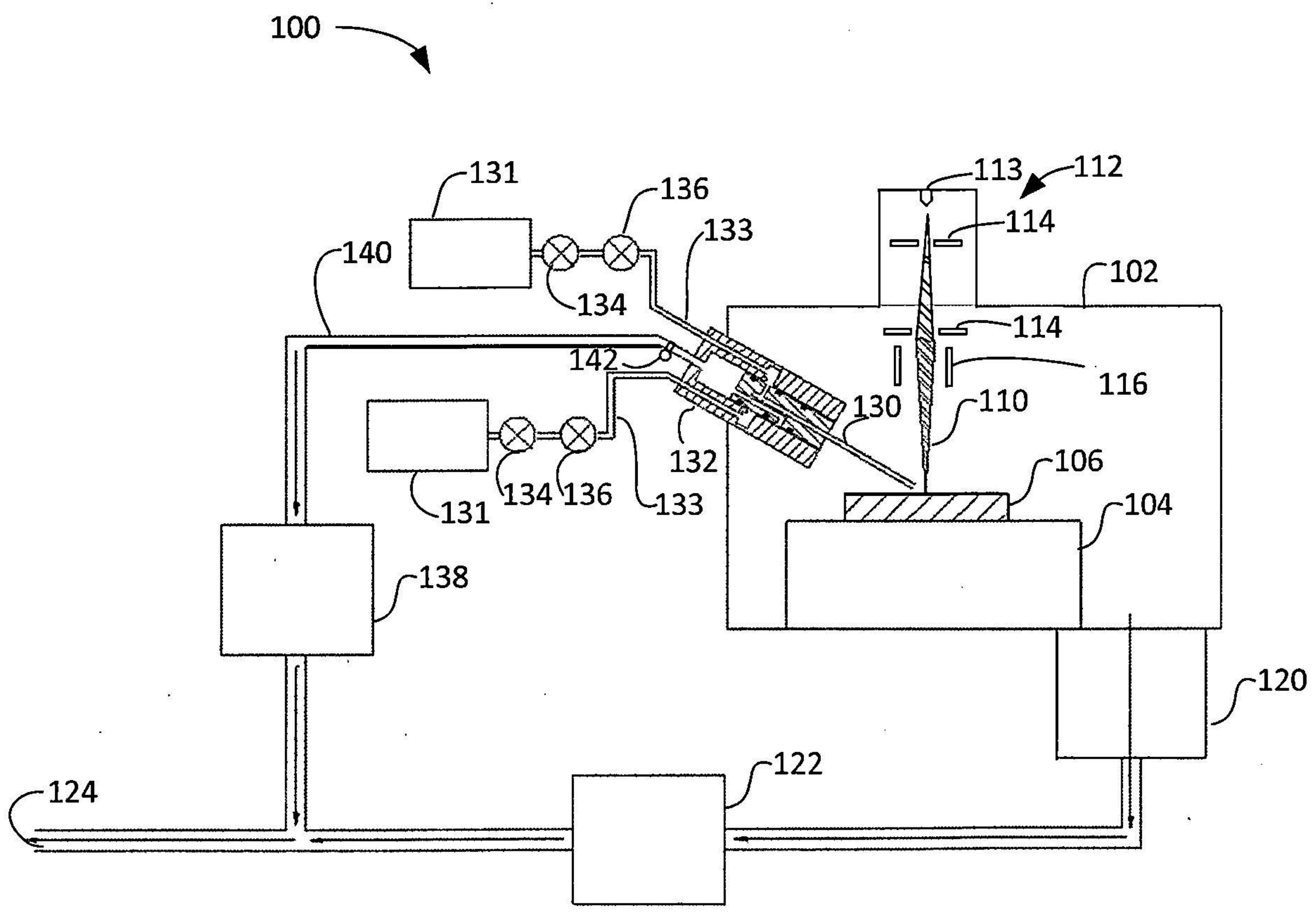


圖 9

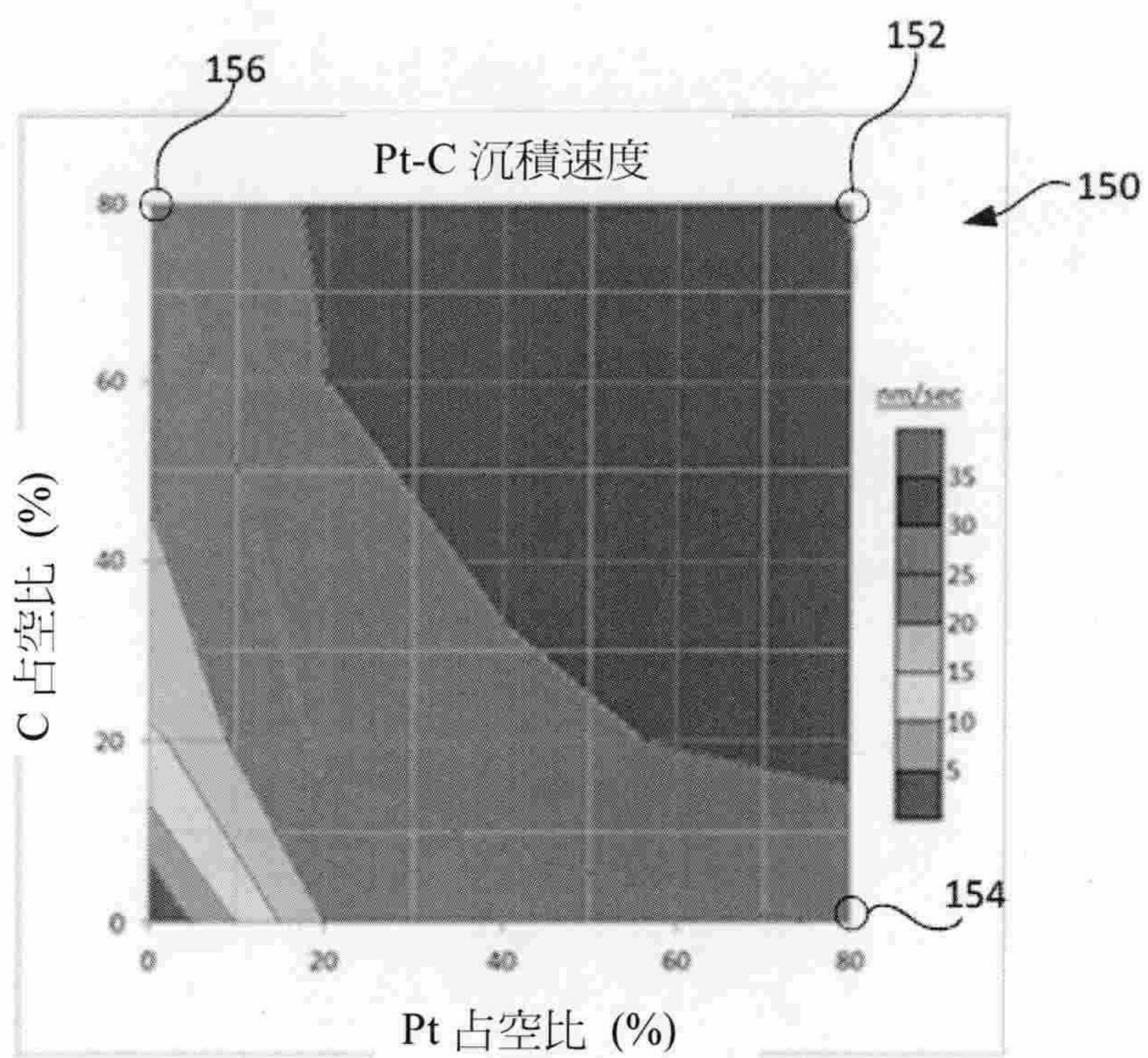


圖 10

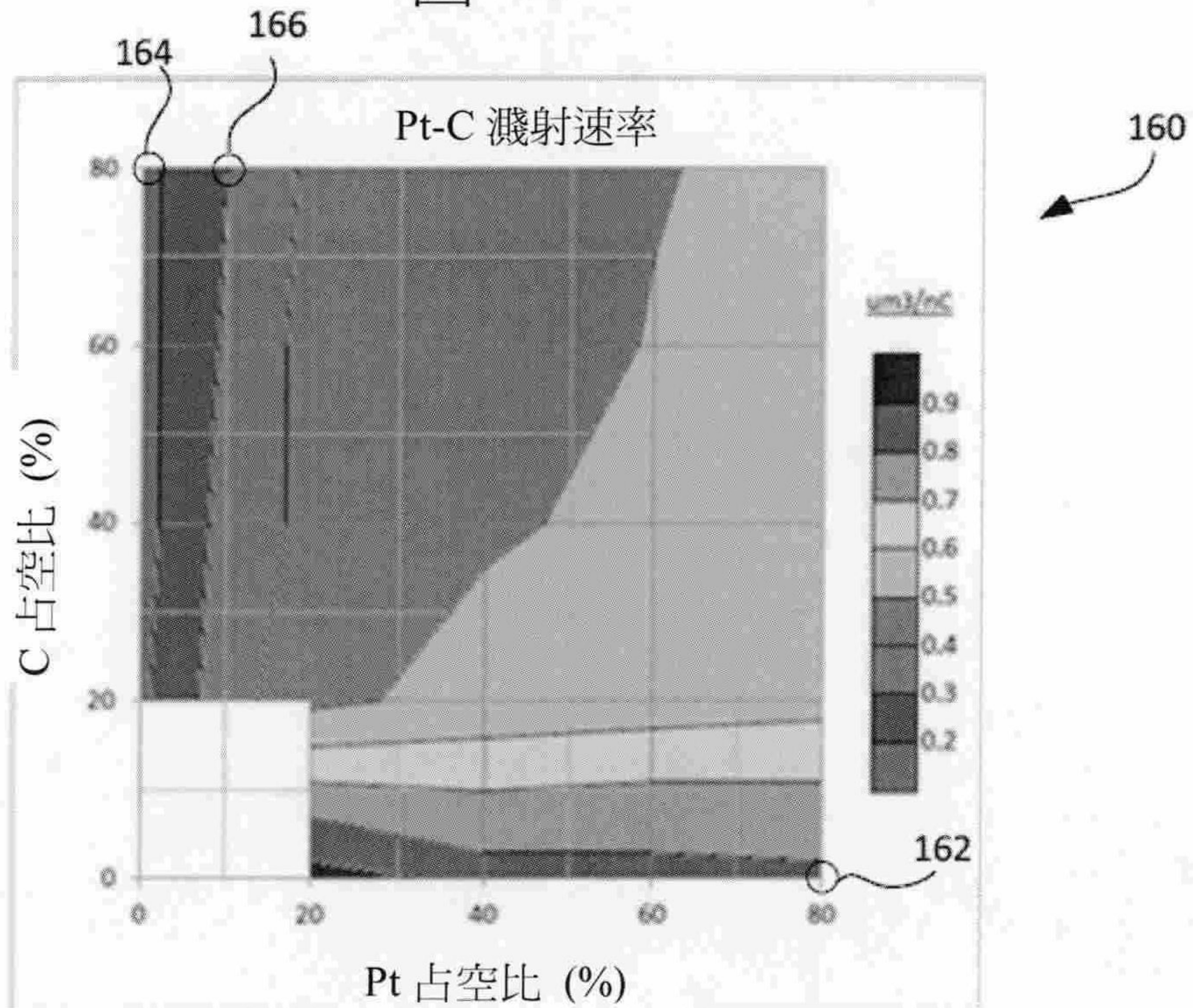


圖 11

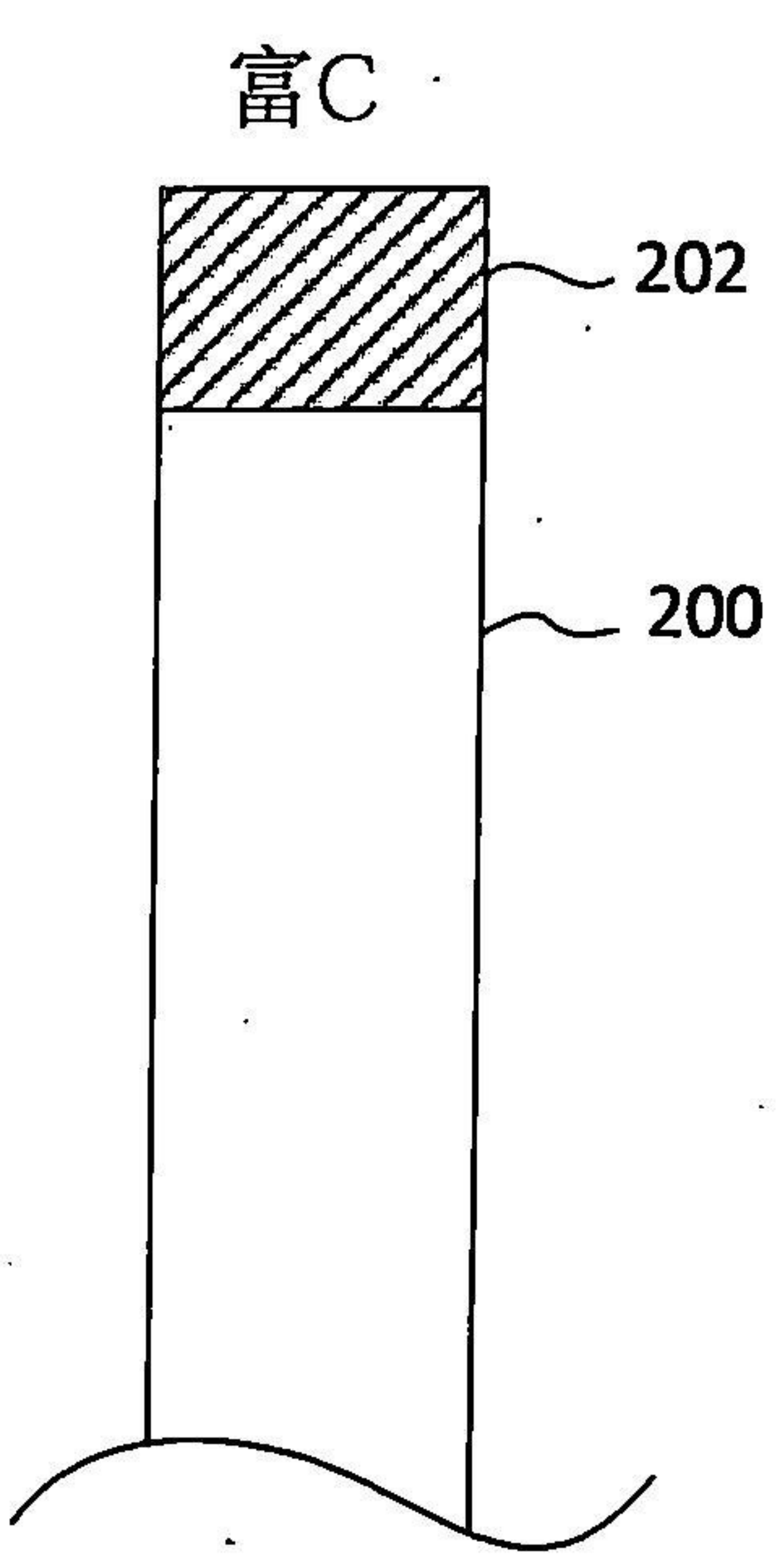


圖 12

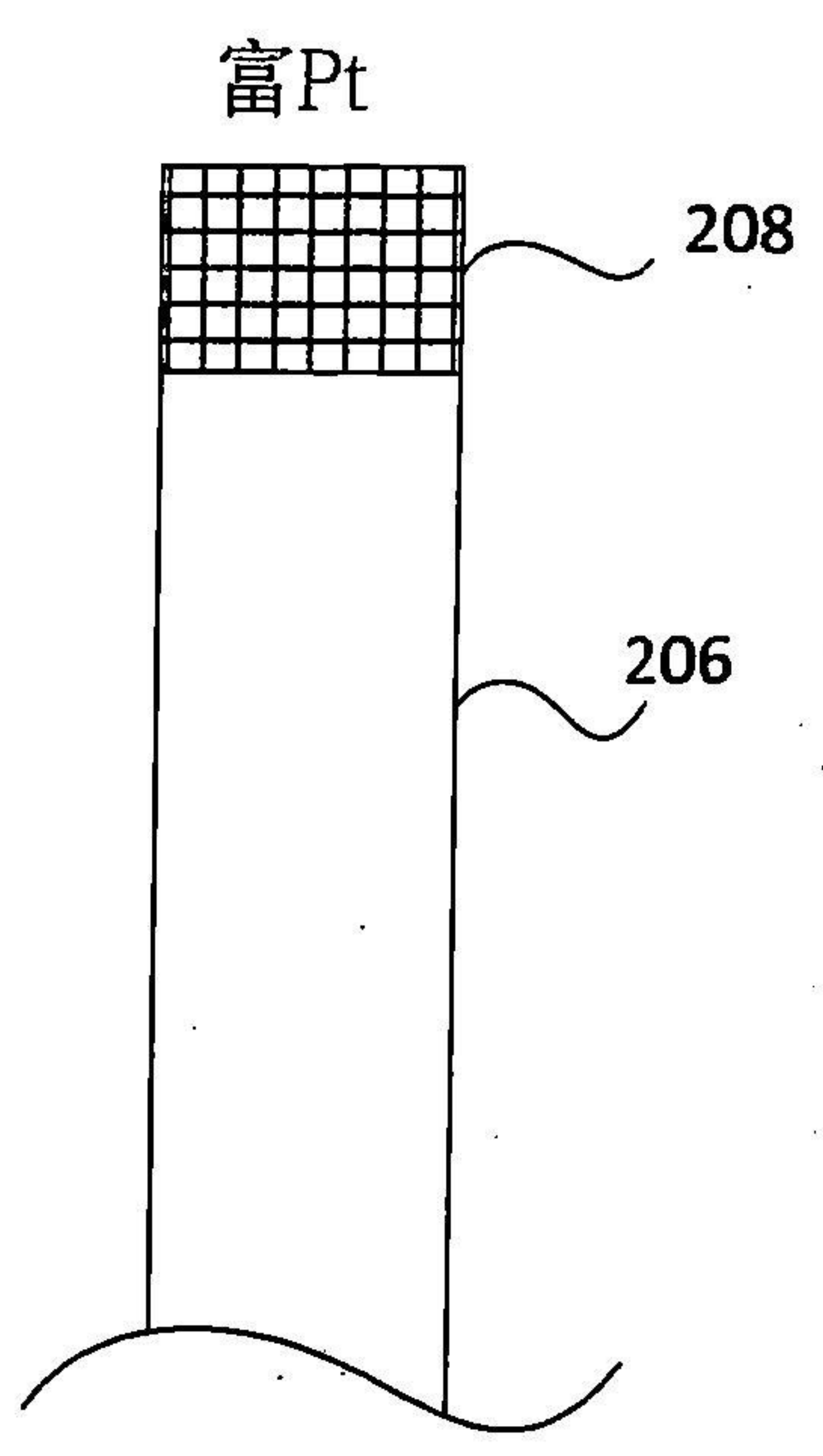


圖 13

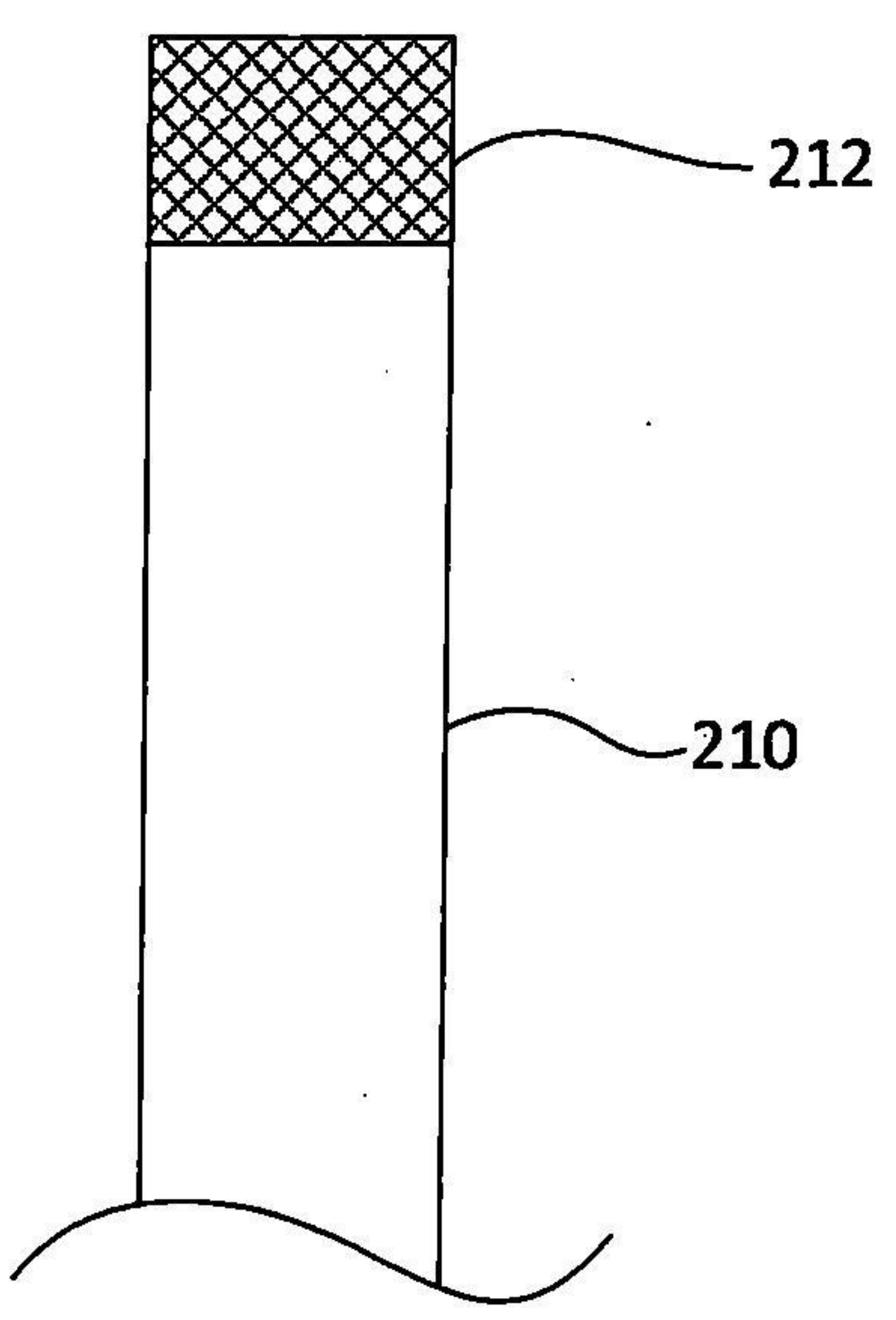


圖 14

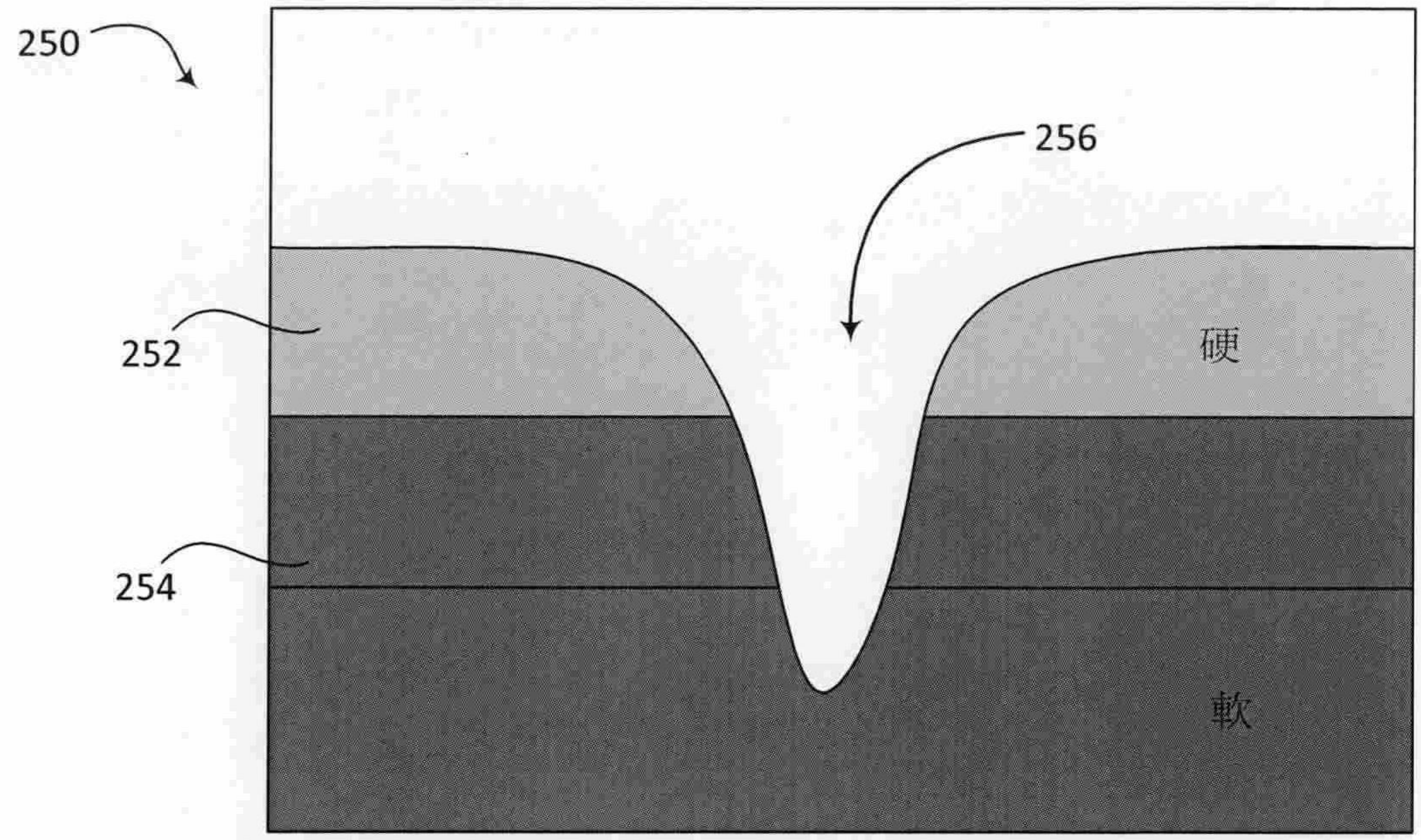


圖 15

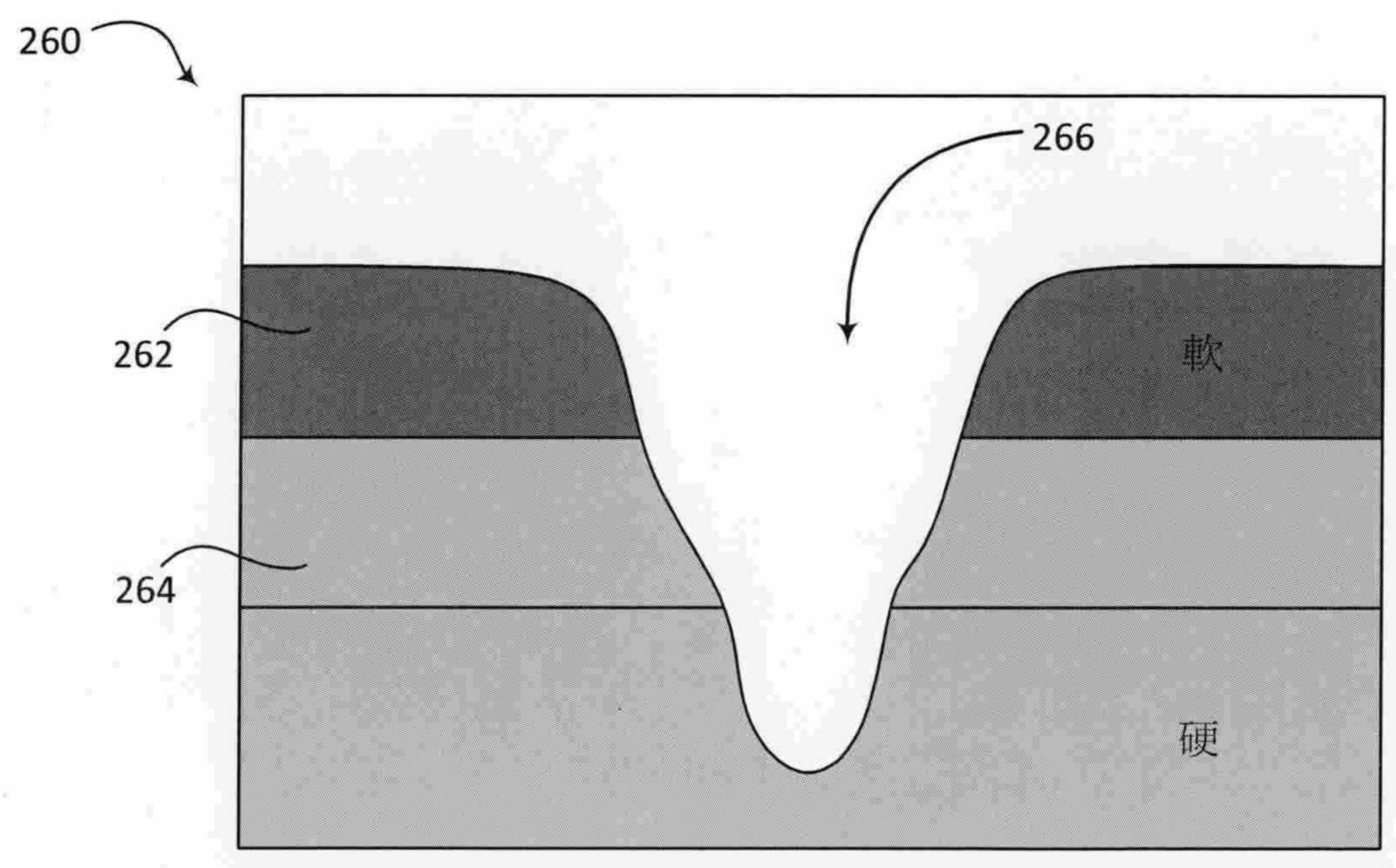


圖 16

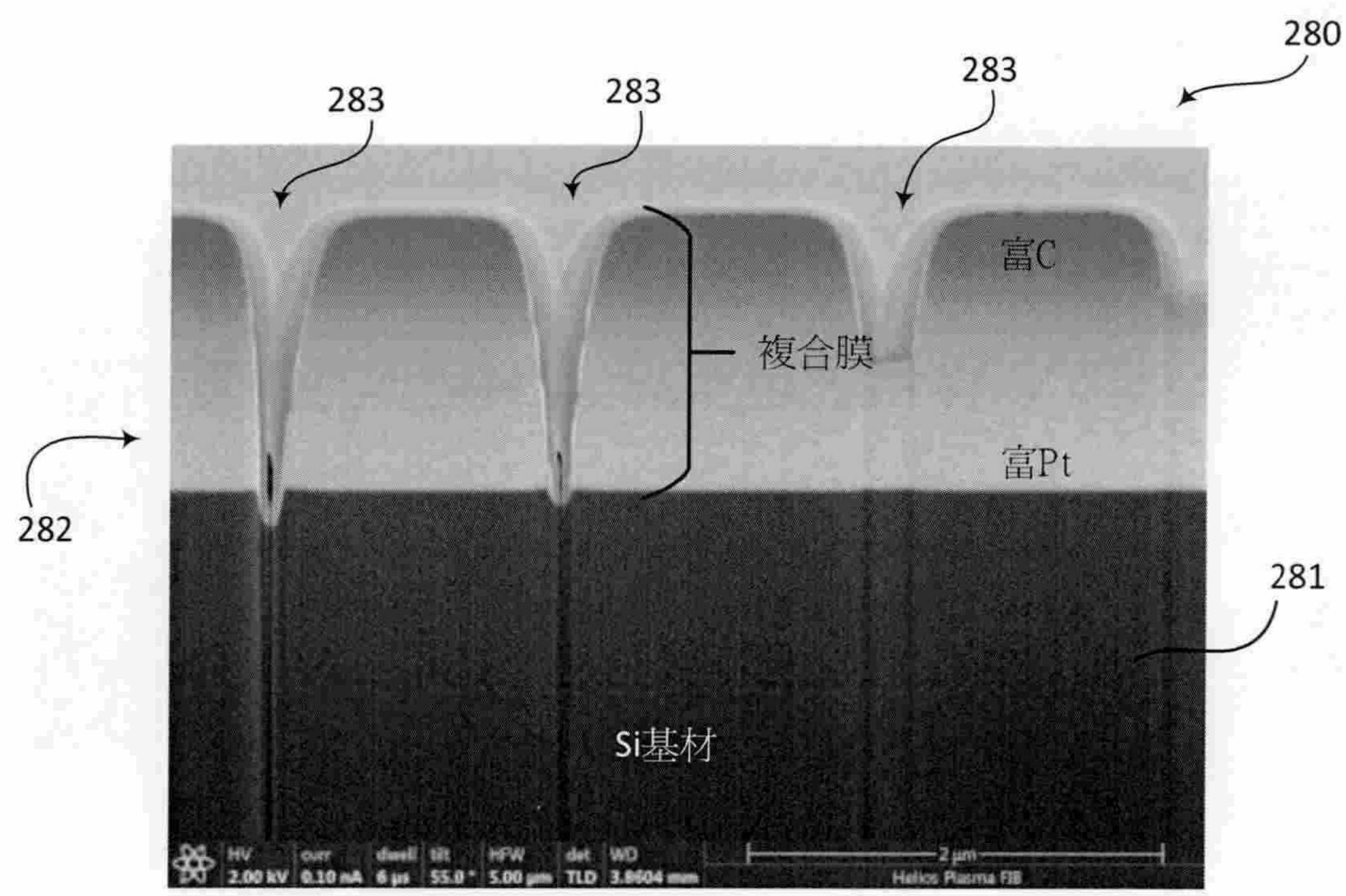


圖 17

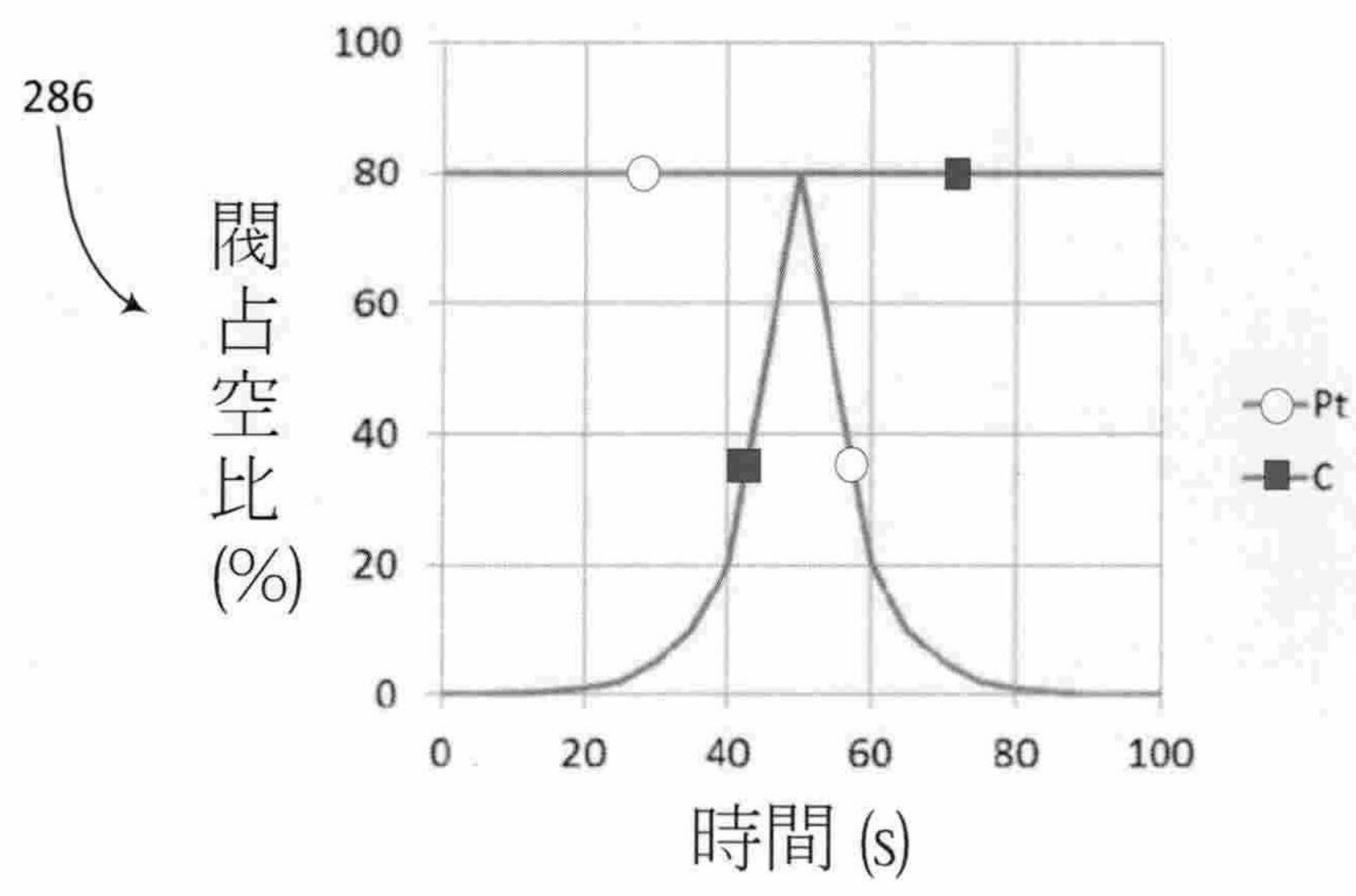


圖 18

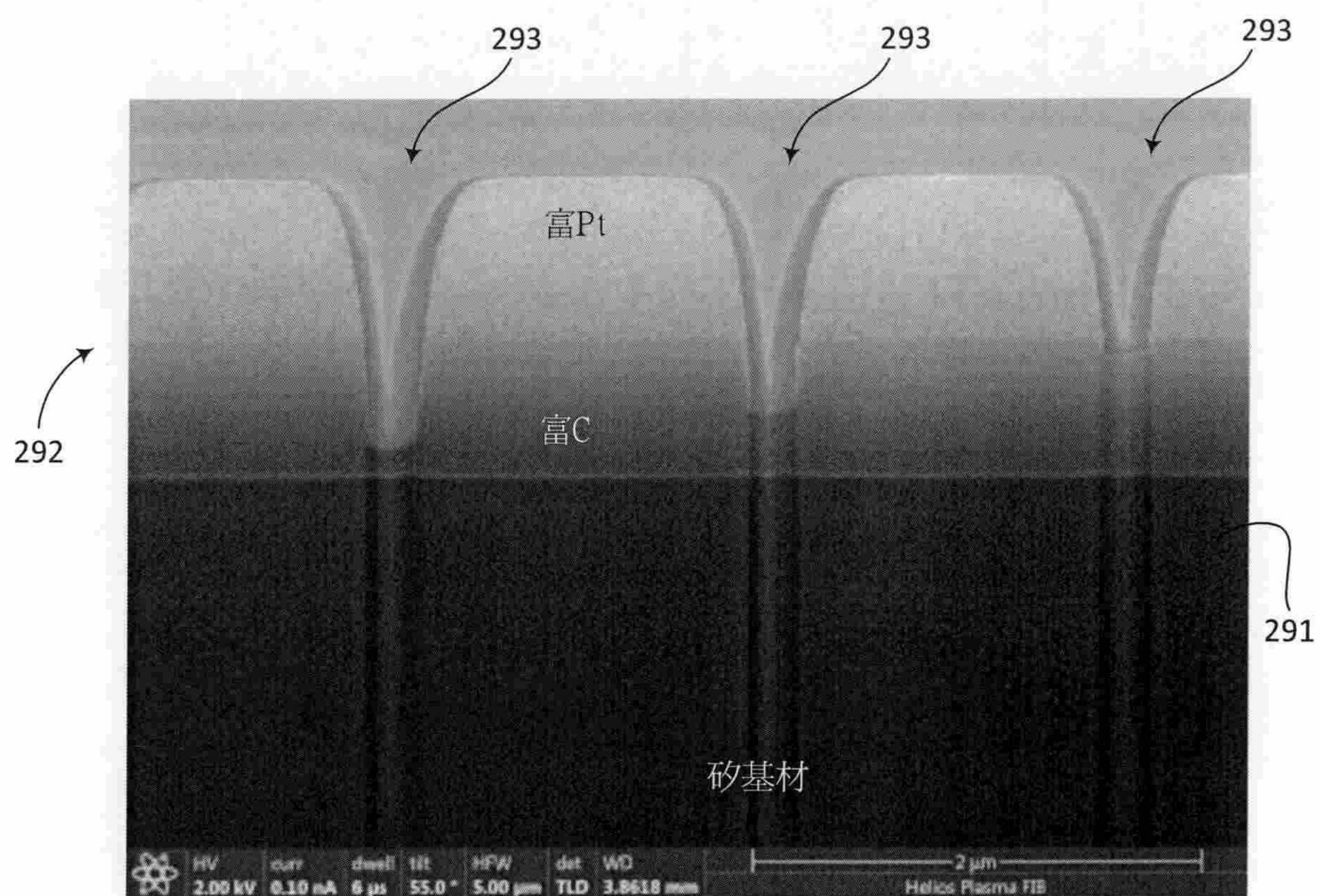


圖 19

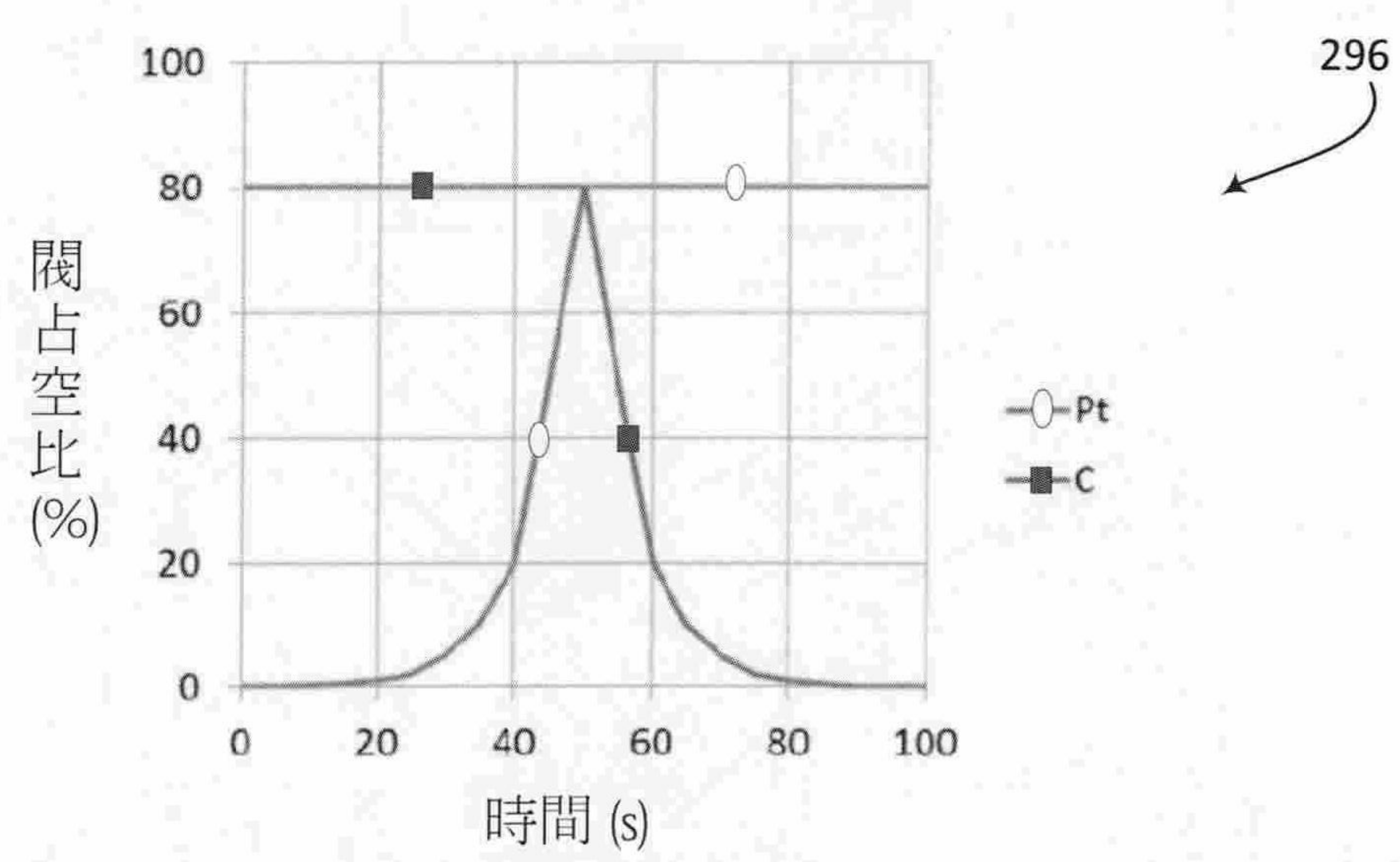


圖 20

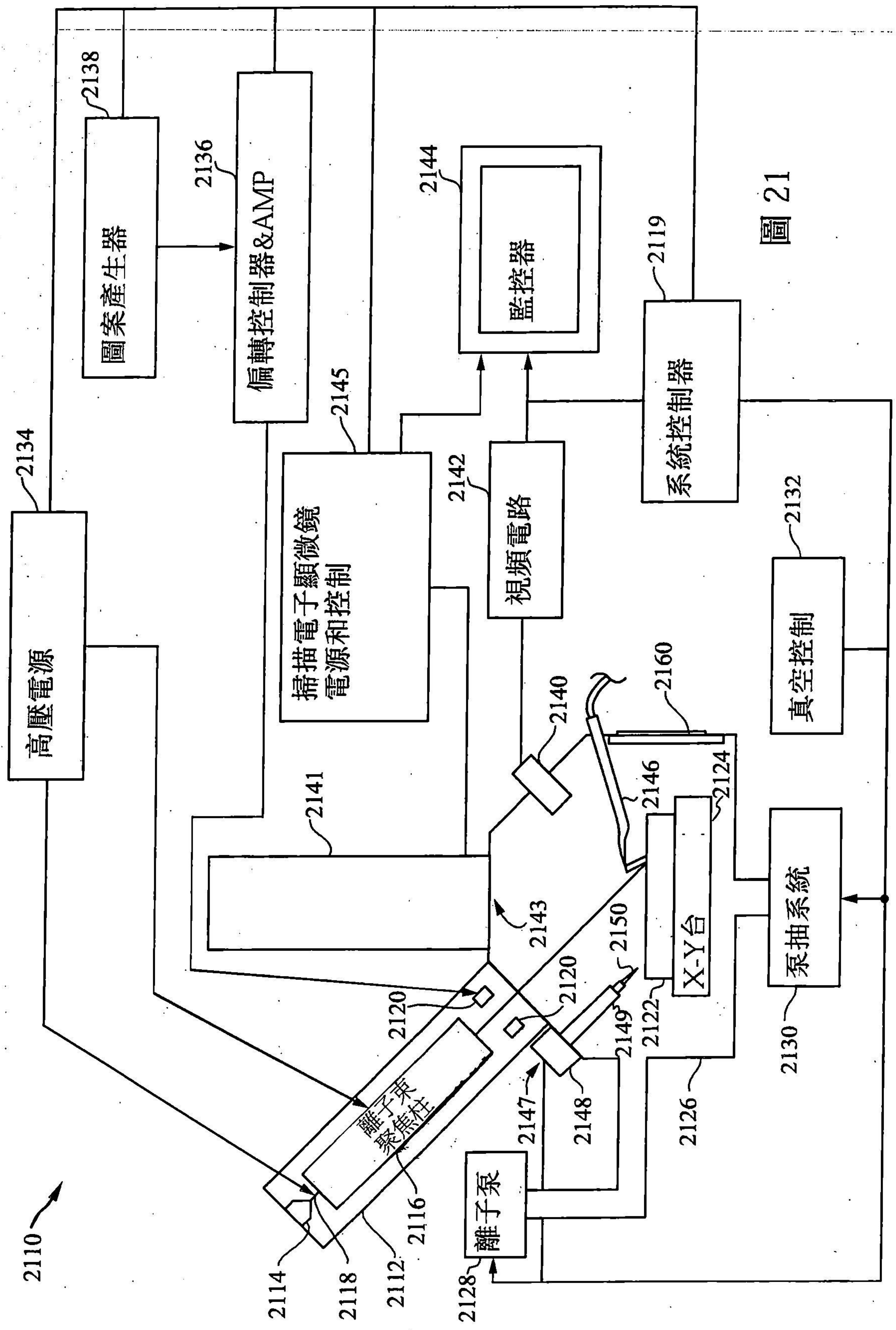


圖 21

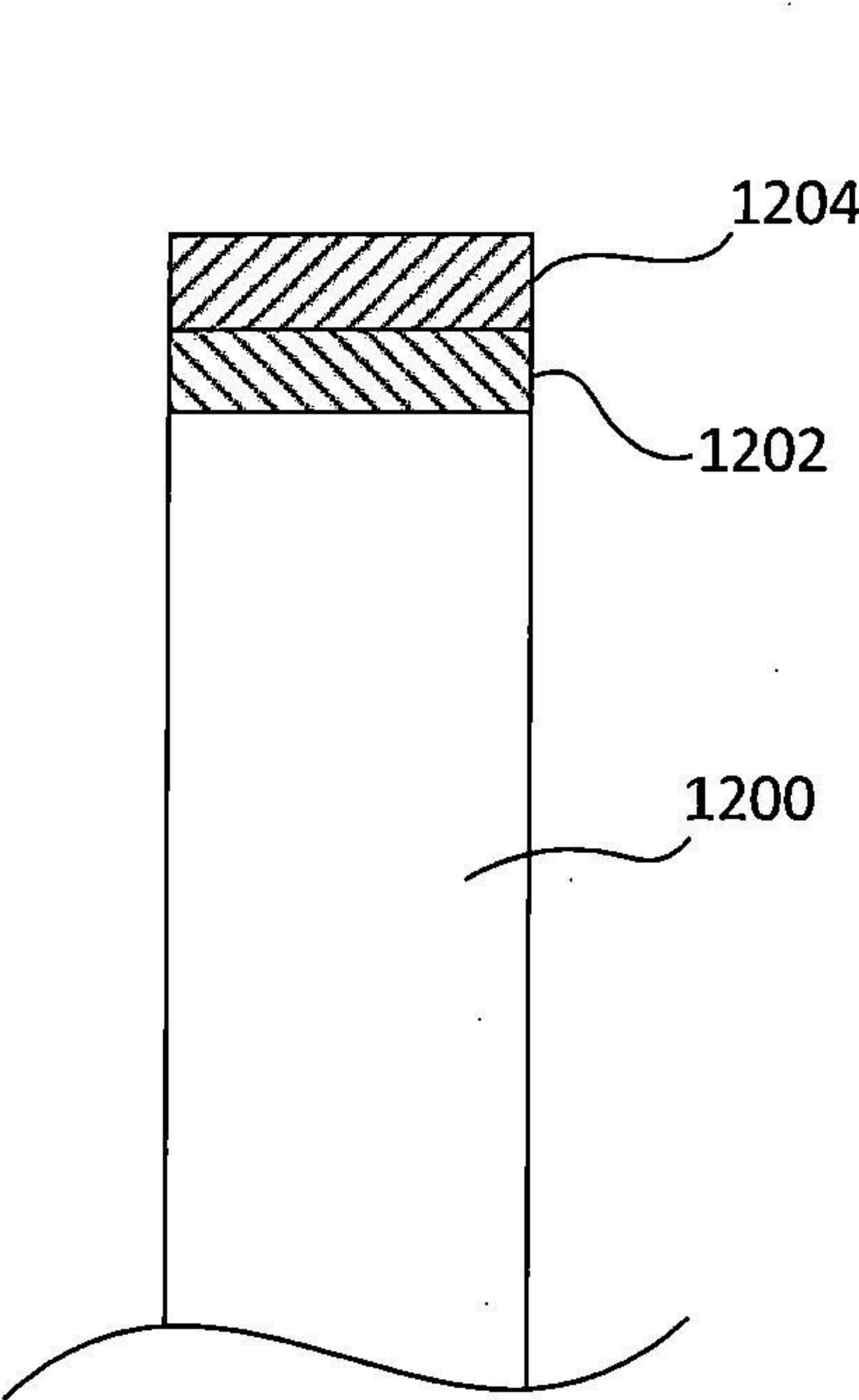


圖 22

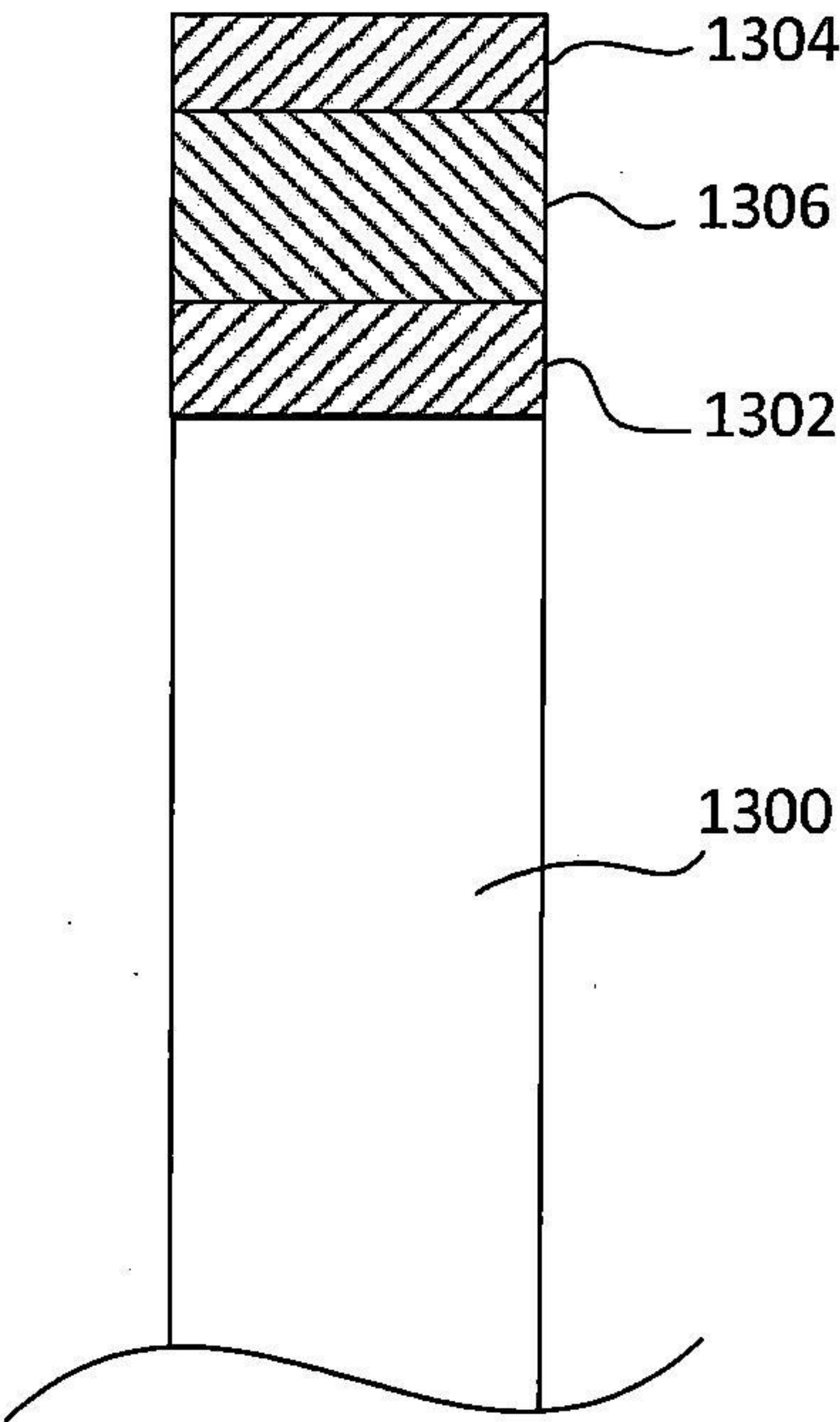


圖 23

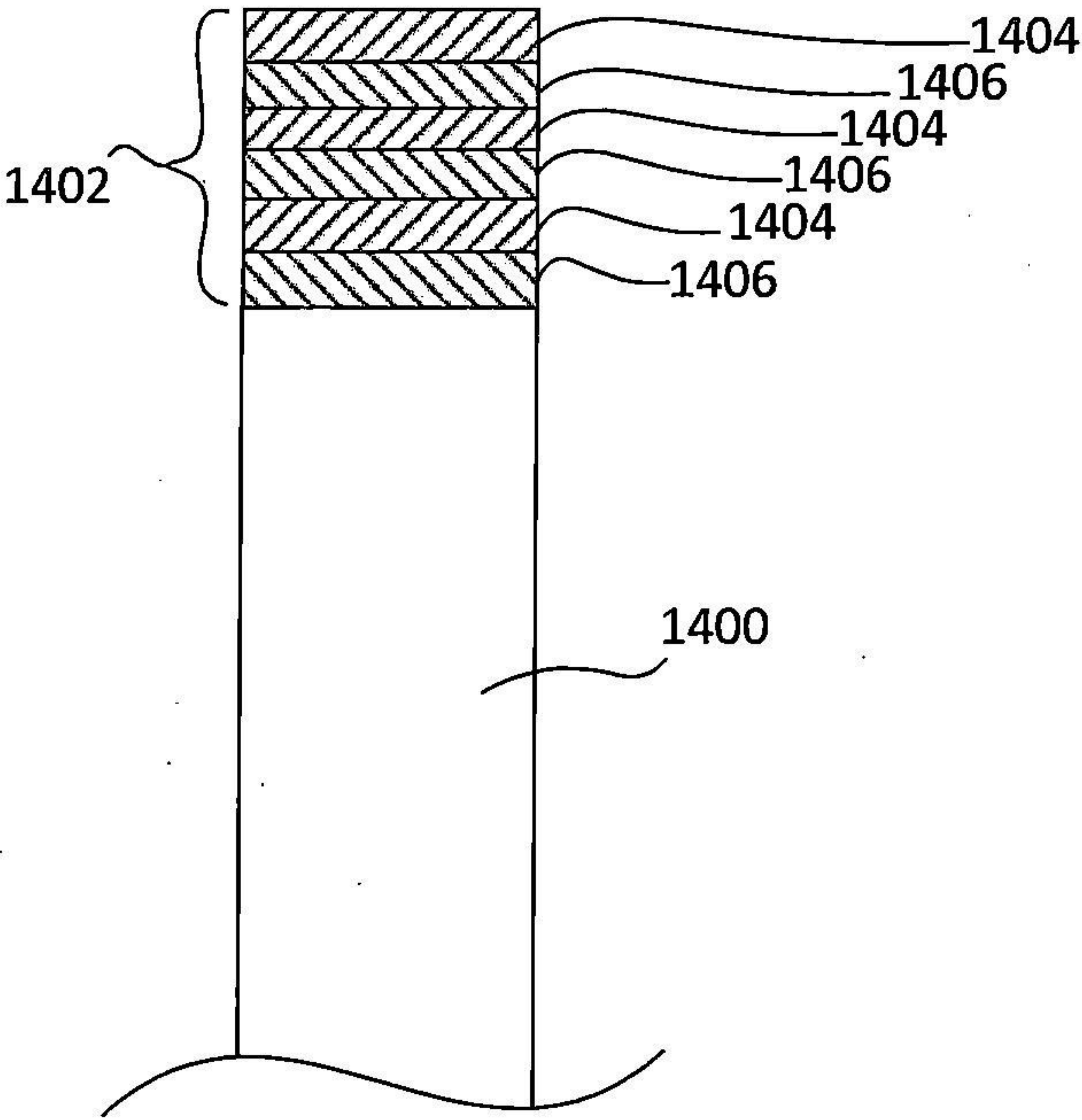


圖 24

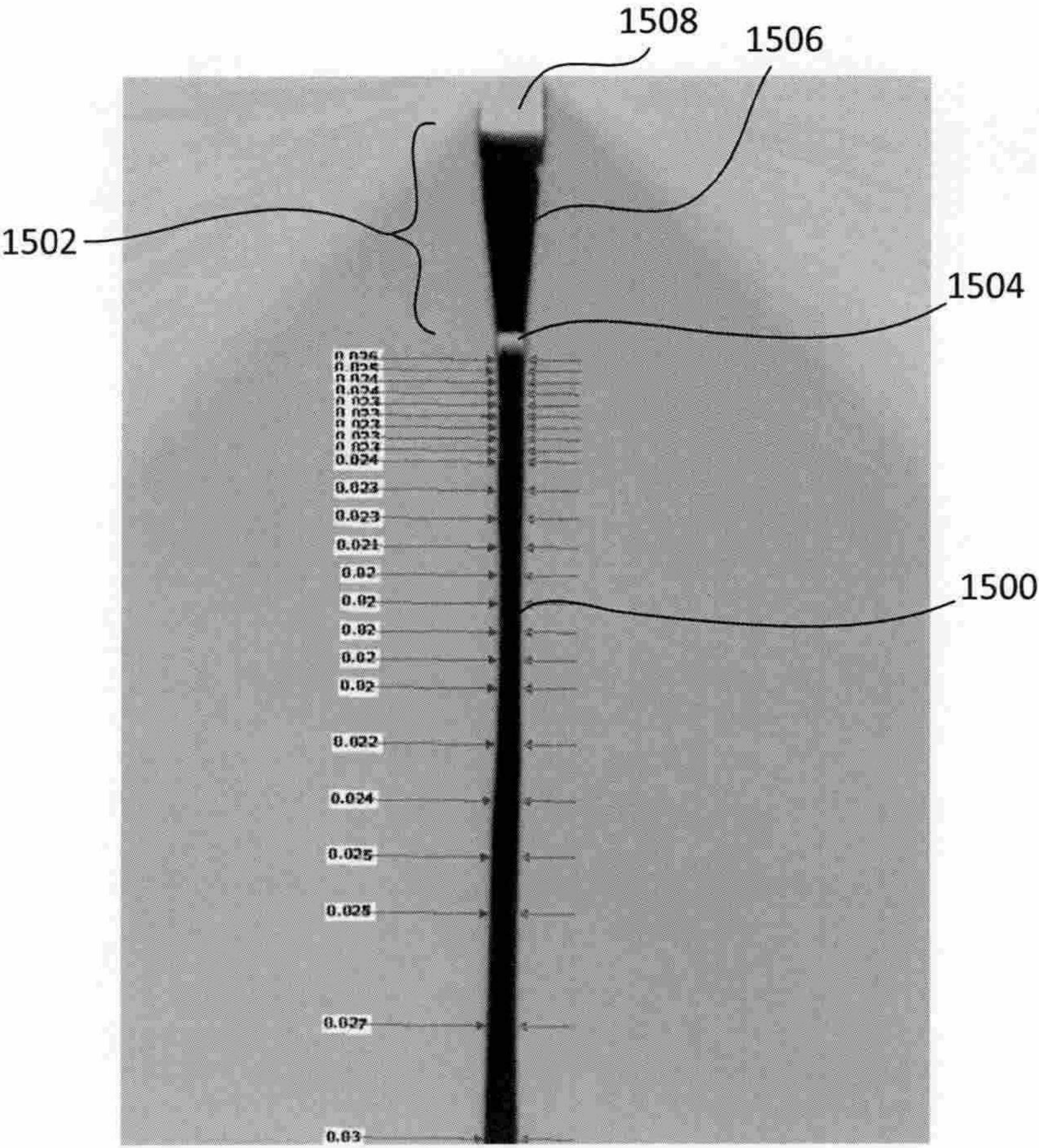


圖 25

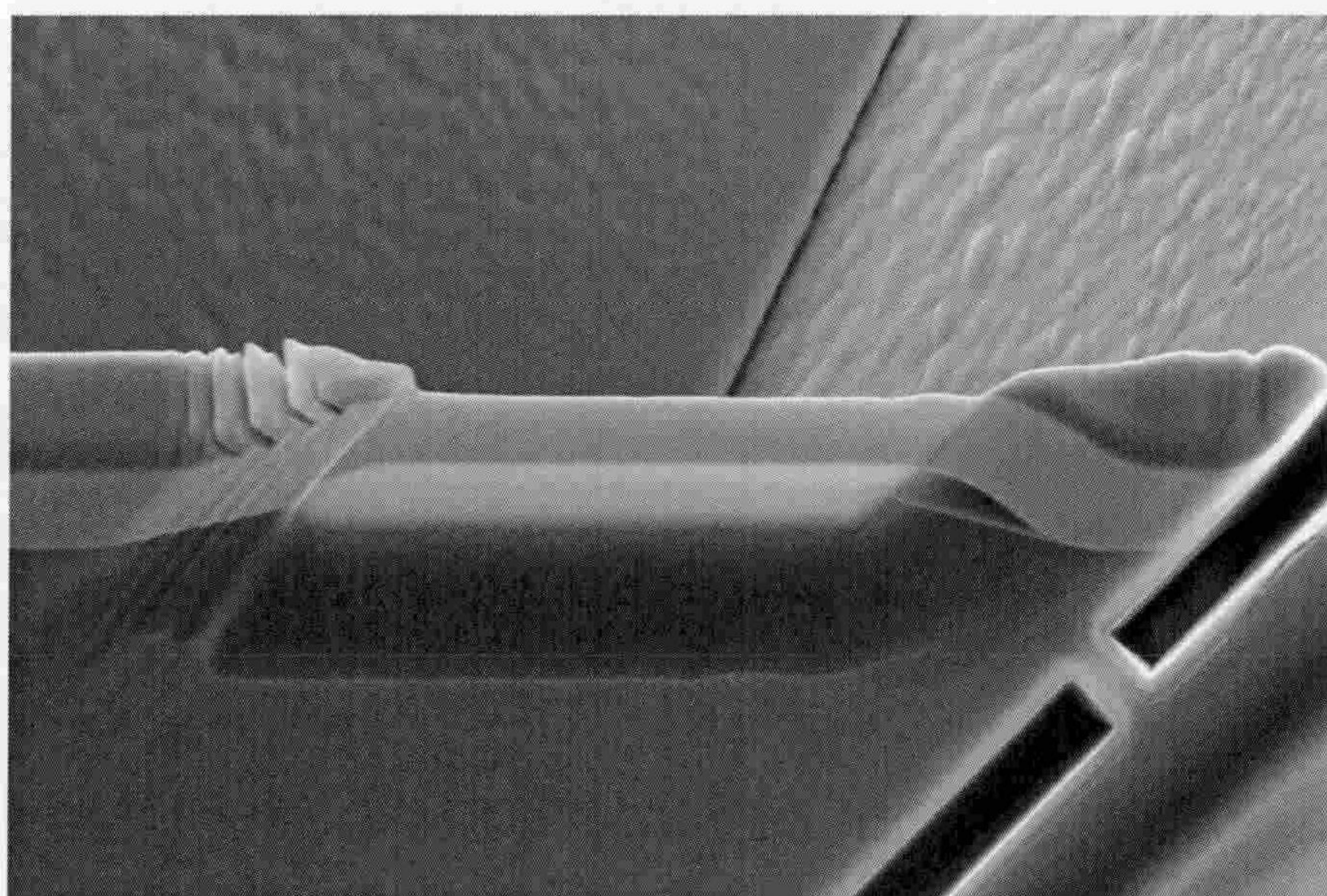


圖 26

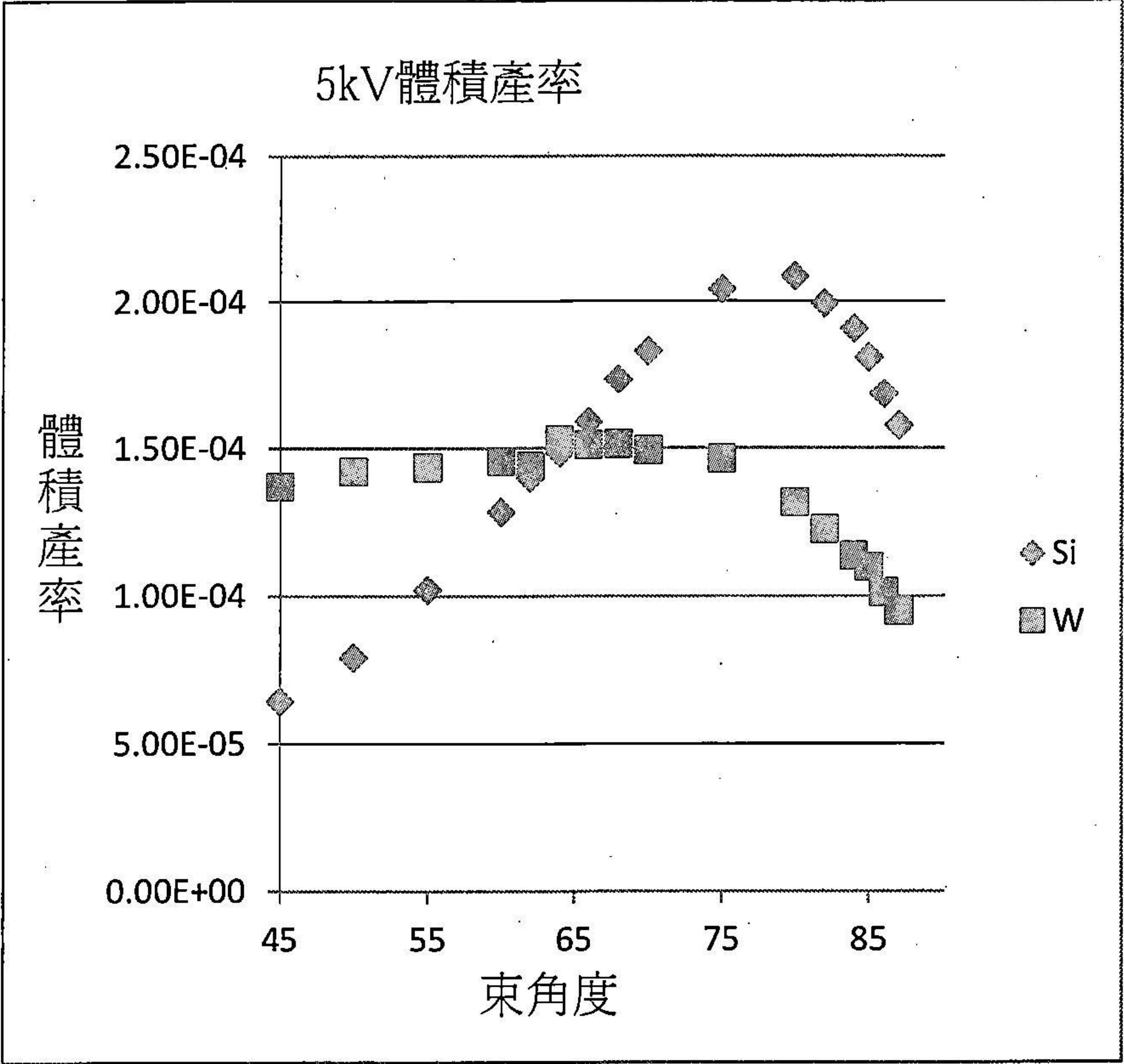


圖 27A

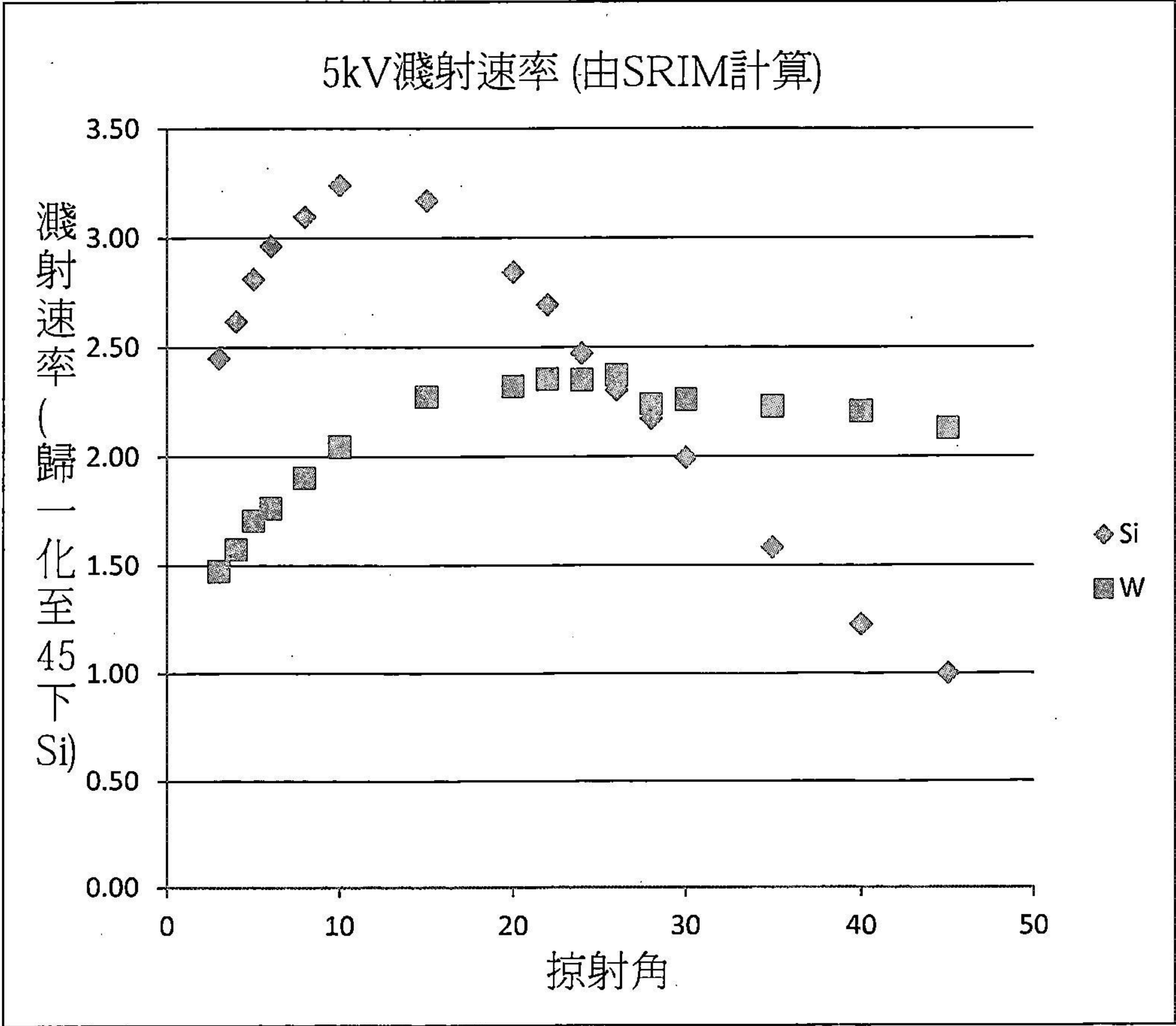


圖 27B

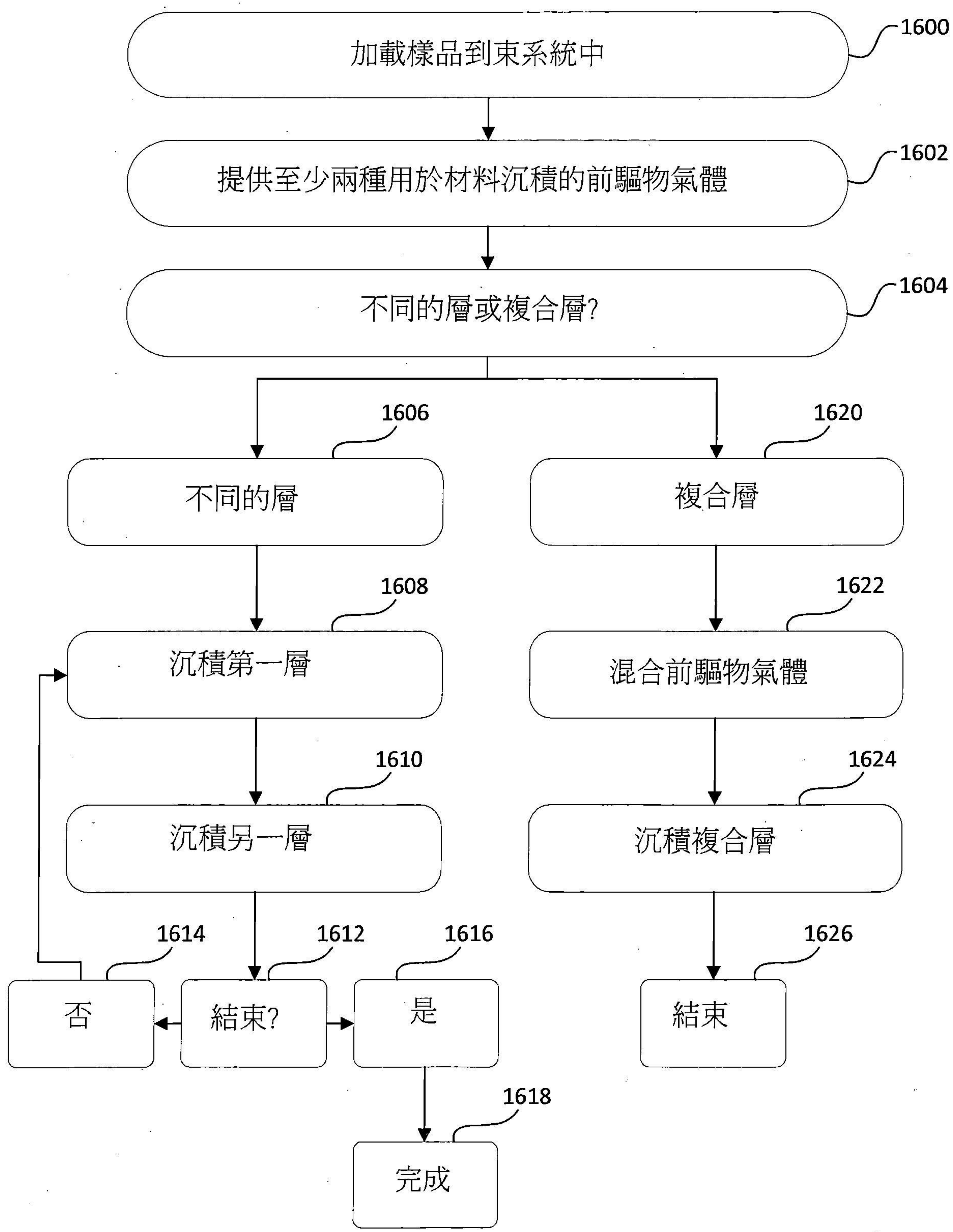


圖 28