

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5564299号
(P5564299)

(45) 発行日 平成26年7月30日(2014.7.30)

(24) 登録日 平成26年6月20日(2014.6.20)

| | | | |
|-------------------------|---------------|---|--|
| (51) Int. Cl. | F I | | |
| GO 1 N 23/04 (2006.01) | GO 1 N 23/04 | | |
| GO 1 N 23/225 (2006.01) | GO 1 N 23/225 | | |
| GO 1 N 1/28 (2006.01) | GO 1 N 1/28 | F | |
| HO 1 J 37/317 (2006.01) | GO 1 N 1/28 | G | |
| HO 1 J 37/26 (2006.01) | HO 1 J 37/317 | D | |
| 請求項の数 6 (全 9 頁) 最終頁に続く | | | |

(21) 出願番号 特願2010-63337(P2010-63337)
 (22) 出願日 平成22年3月18日(2010.3.18)
 (65) 公開番号 特開2011-196802(P2011-196802A)
 (43) 公開日 平成23年10月6日(2011.10.6)
 審査請求日 平成24年12月27日(2012.12.27)

(73) 特許権者 503460323
 株式会社日立ハイテクサイエンス
 東京都港区西新橋一丁目24番14号
 (74) 代理人 100090343
 弁理士 濱田 百合子
 (74) 代理人 100119552
 弁理士 橋本 公秀
 (74) 代理人 100138771
 弁理士 吉田 将明
 (74) 代理人 100154863
 弁理士 久原 健太郎
 (74) 代理人 100142837
 弁理士 内野 則彰
 (74) 代理人 100123685
 弁理士 木村 信行

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 試料加工観察方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

観察面に対して略平行な方向から集束イオンビームを試料に照射し、前記試料の表面を除去し観察面を露出させる観察面形成工程と、

前記観察面に対して略垂直な方向から荷電粒子ビームを前記観察面に照射し、発生する二次荷電粒子を検出し、観察像を形成する観察像取得工程と、

前記観察面に対して略平行な方向から前記集束イオンビームを前記試料に照射し、前記試料の前記観察面と反対側の面を除去し、前記観察面を含む薄片部を形成する薄片部形成工程と、

前記観察面に対して略垂直な方向から前記荷電粒子ビームを前記薄片部に照射し、前記薄片部を透過した透過荷電粒子を検出し、透過観察像を形成する透過観察像取得工程と、

前記透過観察像を取得した前記薄片部の前記観察面を除去し断面を形成するために前記集束イオンビームを照射する薄片部観察面除去工程と、

前記集束イオンビームで形成された断面に前記荷電粒子ビームを照射し断面観察像を取得する薄片部断面観察像取得工程と、

前記断面に前記集束イオンビームを照射し、前記断面を除去して次の断面を形成する薄片部断面形成工程と、を備え、

前記薄片部断面形成工程と前記薄片部断面観察像取得工程を繰り返し実行し複数の薄片部断面像を取得する、試料加工観察方法。

【請求項2】

前記透過観察像取得工程は、前記観察像を取得した前記試料の位置に前記試料を固定し前記観察面に対して略垂直な方向から前記荷電粒子ビームを前記観察面に照射する請求項 1 に記載の試料加工観察方法。

【請求項 3】

前記観察像取得工程は、

前記試料の表面を除去し断面を形成するために前記集束イオンビームを照射する表面除去工程と、

前記集束イオンビームで形成された断面に前記荷電粒子ビームを照射し断面観察像を取得する断面観察像取得工程と、

前記断面に前記集束イオンビームを照射し、前記断面を除去して次の断面を形成する断面形成工程と、

を有し、前記観察面を露出するまで、前記断面観察像取得工程と、前記断面形成工程とを繰り返し実行する請求項 1 または 2 に記載の試料加工観察方法。

【請求項 4】

前記薄片部断面像と、前記断面間の距離情報より前記薄片部の三次元像を構築する請求項 1 に記載の試料加工観察方法。

【請求項 5】

前記荷電粒子ビームは、電子ビームまたはガスイオンビームである請求項 1 から 4 のいずれか一つに記載の試料加工観察方法。

【請求項 6】

前記ガスイオンビームは、電界電離型ガスイオン源から放出されたガスイオンビームである請求項 5 に記載の試料加工観察方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、集束イオンビームを用いた試料の断面加工観察に関するものである。

【背景技術】

【0002】

従来半導体などの試料の断面を加工観察する手法として、FIB（集束イオンビーム）-SEM装置を用いることが広く知られている。FIB-SEM装置によれば、集束イオンビームで加工した断面をSEMにより観察することができる。

【0003】

近年では、観察対象の微細化に伴い、高分解能観察が求められている。試料をFIBで薄片化し、薄片部をTEM（透過電子顕微鏡）で観察する技術が開示されている（特許文献1参照）。

【0004】

このような方法によれば、試料の所望観察位置の高分解能観察を行うことが可能となる。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】特開2001-141620号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

しかしながら、TEM観察とSEM観察などの二次粒子像観察では同じ観察対象を観察しても形成される像が異なりTEM観察では観察できないものが二次粒子像観察で観察できるもの、また、その逆のものがある。同じ観察対象のTEM観察と二次粒子像観察を行い、二つの観察像を分析することが有用である。従来では、TEM観察と二次粒子像観察を別々の装置で行っていたため、同じ観察位置の観察は困難であった。

10

20

30

40

50

【0007】

この発明は、このような事情を考慮してなされたもので、その目的は、同じ観察位置の二次粒子像観察とTEM観察を可能にする試料加工観察方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0008】

上記の目的を達成するために、この発明は以下の手段を提供している。

本発明に係る試料加工観察方法は、観察面に対して略平行な方向から集束イオンビームを試料に照射し、試料の表面を除去し観察面を露出させる観察面形成工程と、観察面に対して略垂直な方向から荷電粒子ビームを観察面に照射し、発生する二次荷電粒子を検出し、観察像を形成する観察像取得工程と、観察面に対して略平行な方向から集束イオンビームを試料に照射し、試料の観察面と反対側の面を除去し、観察面を含む薄片部を形成する薄片部形成工程と、観察面に対して略垂直な方向から荷電粒子ビームを薄片部に照射し、薄片部を透過した透過荷電粒子を検出し、透過観察像を形成する透過観察像取得工程と、からなる。これにより、集束イオンビームで形成した観察面の二次荷電粒子像を取得し、観察面に荷電粒子ビームを照射可能であるように露出した状態で、荷電粒子ビームが透過するように試料を薄片化加工することができる。これにより観察像（二次荷電粒子像）を取得した観察面に荷電粒子ビームを照射して透過した荷電粒子ビームから観察面の透過観察像を取得することができる。従って、同じ観察面の観察像と透過観察像を取得できるので、それぞれの像でしか観察できない対象物を像の比較から分析することができる。

【0009】

また、本発明に係る試料加工観察方法は、透過観察像取得工程が、観察像を取得した試料の位置に試料を固定し観察面に対して略垂直な方向から荷電粒子ビームを観察面に照射する。これにより、観察像と透過観察像の取得をスムーズに実施することができる。また、試料を移動させることがないので、確実に同じ位置の観察像と透過観察像を取得することができる。

【0010】

また、本発明に係る試料加工観察方法は、観察像取得工程において、試料の表面を除去し断面を形成するために集束イオンビームを照射する表面除去工程と、集束イオンビームで形成された断面に荷電粒子ビームを照射し断面観察像を取得する断面観察像取得工程と、断面に集束イオンビームを照射し、断面を除去して次の断面を形成する断面形成工程と、を有し、観察面を露出するまで、断面観察像取得工程と、断面形成工程とを繰り返し実行する。これにより、集束イオンビームで断面を形成し、形成された断面を確認しながら、所望の観察面が露出したときに断面形成を終了することができる。従って、試料内の所望の観察対象を露出させ、観察像と透過観察像を取得することができる。

【0011】

また、本発明に係る試料加工観察方法は、透過観察像を取得した薄片部の観察面を除去し断面を形成するために集束イオンビームを照射する薄片部観察面除去工程と、集束イオンビームで形成された断面に荷電粒子ビームを照射し断面観察像を取得する薄片部断面観察像取得工程と、断面に集束イオンビームを照射し、断面を除去して次の断面を形成する薄片部断面形成工程と、薄片部断面形成工程と薄片部断面観察像取得工程を繰り返し実行し複数の薄片部断面像を取得する。これにより、透過観察像を取得した薄片部内部について、複数の断面観察像を取得することができる。従って、薄片部の透過観察像と薄片部内部の二次荷電粒子像を比較し分析することができる。

【0012】

また、本発明に係る試料加工観察方法は、薄片部断面像と、断面間の距離情報より前記薄片部の三次元像を構築する。これにより薄片部の透過観察像と薄片部内部の二次荷電粒子像の三次元像を比較し分析することができる。

【発明の効果】

【0013】

本発明に係る試料加工観察方法によれば、集束イオンビームで形成した観察面に荷電粒

10

20

30

40

50

子ビームを照射し、観察像を取得し、観察面を保持したまま、さらに透過可能になるように薄片化加工を行うことで、同一観察位置のTEM観察と二次粒子像観察を行うことができる。

【図面の簡単な説明】

【0014】

【図1】本発明に係る試料加工観察装置の構成図である。

【図2】本発明に係る試料加工観察の概略図である。

【図3】本発明に係る試料加工観察のフローチャートである。

【図4】本発明に係る試料加工観察の概略図である。

【発明を実施するための形態】

【0015】

以下、本発明に係る試料加工観察方法の実施形態について説明する。

(1) 試料加工観察装置

試料加工観察装置は図1に示すように、集束イオンビーム照射系1と、電子ビーム照射系2と、試料ステージ6を備えている。集束イオンビーム照射系1から照射した集束イオンビーム3と、電子ビーム照射系2から照射した電子ビーム4は試料ステージ6に載置した試料5上の同一領域に照射可能である。また、電子ビーム照射系2の代わりに電界電離型イオン源を搭載したイオンビーム照射系を用いても良い。その場合、イオン種として、アルゴン(Ar)、ヘリウム(He)、ネオン(Ne)、クリプトン(Kr)、キセノン(Xe)、水素(H₂)、酸素(O₂)、窒素(N₂)等のガスなどを用いる。

【0016】

そして、試料5から発生する二次電子や二次イオンなどの荷電粒子を検出する二次荷電粒子検出器7aを備えている。二次荷電粒子検出器7aで検出した検出信号は、像形成部9に送信する。また、反射電子検出器7bを備えて電子ビーム4から反射される反射電子を検出することができる。反射電子検出器7bは電子ビーム照射系2の内部に配置することも可能である。また、X線検出器7cを備えて試料5から発生するX線を検出することができる。また、図示していないが、試料5から発生する試料5の材質の粒子を検出する検出器を備え、マススペクトルを取得することも可能である。

【0017】

像形成部9において、二次荷電粒子検出器7aまたは反射電子検出器7bが送信した検出信号と、集束イオンビーム照射系1または電子ビーム照射系2で集束イオンビーム3または電子ビーム4を走査照射した照射信号により二次電子像、二次イオン像、または反射電子像を形成する。形成した像を表示部10に表示する。

【0018】

また、試料5にガス銃12から原料ガスを吹き付け、集束イオンビーム3または電子ビーム4を照射することで、ビーム照射領域にデポジション膜を形成することができる。原料ガスはガス源13に收容し、バルブ13aでガス供給を制御する。原料ガスとしては、例えば、フェナントレン、ナフタレンなどのカーボン系ガス、プラチナやタングステンなどの金属を含有する金属化合物ガスなどを用いることができる。また、原料ガスとして、エッチングガスを用いた場合、ビーム照射領域をガス・アシステッド・エッチングすることができる。エッチングガスとしては、例えば、フッ化キセノン、塩素、ヨウ素、三フッ化塩素、一酸化フッ素、水などを用いることが可能である。

【0019】

(2) 垂直配置照射系

また、集束イオンビーム照射系1と電子ビーム照射系3が試料ステージ6に設置されている試料5の位置で略垂直に交差する構成を備えている。ところで、電子ビームやイオンビームの照射系の対物レンズは試料面に近いほうが、試料にビーム径の小さいビームを照射することができる。そのため、高分解能観察や微細加工を行うためには、照射系を試料に近い位置に配置することが望ましい。しかし、照射系の試料側の先端部は、一般に円錐上になっているため、集束イオンビーム照射系1と電子ビーム照射系2がなす角が小さく

10

20

30

40

50

、かつ、試料 5 に近い位置で配置すると照射系同士がぶつかってしまう。そこで、集束イオンビーム照射系 1 と電子ビーム照射系 2 を略垂直に配置することにより、照射系を試料 5 に近い位置に配置しても照射系同士がぶつかることはない配置を実現している。

【 0 0 2 0 】

また、集束イオンビーム 3 で形成した試料 5 の断面に対して、電子ビーム 4 を断面に対して略垂直に走査照射することができる。略垂直に電子ビーム 4 を照射することで、高分解能の観察像を取得することができる。また、集束イオンビーム 3 による断面形成後、試料ステージ 6 を動作させずに電子ビーム 4 で断面観察することができるので、断面形成、断面観察を複数回繰り返す断面加工観察プロセスにかかる時間を大幅に短縮することができる。

10

【 0 0 2 1 】

また、電子ビーム 4 の照射方向に透過電子検出器 1 6 を備えている。試料 5 を透過可能な加速電圧で加速させた電子ビーム 4 を試料 5 に照射し、透過電子を透過電子検出器 1 6 で検出する。像形成部 9 において、透過電子検出器 1 6 で検出した検出信号より透過電子像を形成することができる。

【 0 0 2 2 】

(3) 試料加工観察方法

次に試料加工観察方法について説明する。図 2 は試料加工観察の概略図であり、図 3 はフローチャートである。まず、試料 5 の表面、すなわち、試料 5 の電子ビーム照射系 2 側の面を除去し観察面を露出させる (S 1)。このとき、観察面に対して略平行な方向から集束イオンビームを照射して観察面を形成する。これにより電子ビーム 4 に対して略垂直な観察面を形成することができる。次に観察面に電子ビーム 4 を照射し、観察面の二次電子像を取得する (S 2)。このとき、観察面は電子ビームに対して略垂直に照射できるので、高分解能観察像を取得することができる。

20

【 0 0 2 3 】

ところで、試料 5 内部の所望の観察面を露出させるために、図 2 (a) に示すように、集束イオンビーム 3 で断面を形成し、形成した断面に電子ビーム 4 を照射し二次電子像を取得し、さらに次の断面を集束イオンビームで形成する工程を繰り返し実施し、断面の二次電子像で所望の観察面が露出されたことを確認し、上記工程を終了することができる。つまり、試料表面 5 a に集束イオンビーム 3 a を照射し、形成された断面 5 b に電子ビーム 4 b を照射して断面 5 b の二次電子像を取得する。断面 5 b が所望の観察面ではない場合、さらに集束イオンビーム 3 b を照射し断面 5 b を除去する。そして、断面 5 c を形成し、電子ビーム 4 c で断面 5 c の二次電子像を取得する。さらに、集束イオンビーム 3 c を照射し断面 5 d を形成する。断面 5 d の二次電子像から断面 5 d が所望の観察面であることを確認したら、上記の断面形成工程を終了する。所望の観察面の判定は二次電子像の輝度やコントラスト、形状から判定することができる。

30

【 0 0 2 4 】

次に、二次電子像を取得した観察面である断面 5 d を残すように試料 5 を薄片化加工する (S 3)。図 2 (b) に示すように、試料 5 の断面 5 d と反対側の面から集束イオンビーム 3 d、3 e、3 f を照射して薄片部 5 t を形成する。このとき、集束イオンビーム 3 d、3 e、3 f の順に徐々に試料 5 の厚みを小さくするように加工し、加工中に電子ビーム 4 t を試料 5 に照射し、透過した電子を透過電子検出器 1 6 で検出することができる。このときの透過電子像の変化を観察しながら集束イオンビームによる加工の終了を判定することができる。

40

【 0 0 2 5 】

次に薄片部 5 t を透過するエネルギーの電子ビーム 4 t を照射し、透過した電子を透過電子検出器 1 6 で検出し薄片部 5 t の透過電子像を取得する (S 4)。透過電子像は断面 5 d の二次電子像と同じ領域を含むように電子ビーム 4 t を走査照射して取得する。これにより観察面 (断面 5 d) の二次電子像と観察面 (断面 5 d) を含む薄片部 5 t の透過電子像を取得し比較分析することができる。

50

【 0 0 2 6 】

ところで、二次電子像と透過電子像は像の持つ情報が異なる。低加速電圧（例えば、100から1000V）で加速した電子ビーム4を用いることで二次電子像は主に観察面表面の情報を反映した像になる。一方、透過電子像は、薄片部5tを透過可能な加速電圧（例えば、2から30kV）で加速した電子ビーム4tを用いることで、薄片部5t内部の情報を透過電子像の二次元情報として取得することができる。上記の方法で同じ観察面の二つの情報を取得することが可能であり、それにより多角的に試料5を分析することができる。そして、特に二次電子像と透過電子像を取得する間は、試料ステージ2を移動させないことが好ましい。なぜなら、試料ステージ2を移動させると観察位置が移動してしまう可能性があり、像質が異なる二つの像内の位置の関係が比較困難になる恐れがあるからである。例えば、合金材料の観察を行う場合、二次電子像では観察できる合金の成分が、透過電子像では観察できないことがある。二次電子像と透過電子像を、試料ステージ2の移動なしに取得すれば、同じ観察位置であるから、二次電子像で観察した合金の成分が透過電子像内のどの位置に存在するかを分析することができる。

10

【 0 0 2 7 】

さらに、透過電子像を取得した薄片部5tを断面加工観察し、薄片部5t内部の複数の二次電子像を取得することができる。図4(a)に示すように、薄片部5tに集束イオンビーム3gを照射し断面を形成し、形成した断面に電子ビーム4を照射して二次電子像を取得する。さらに、集束イオンビーム3h、集束イオンビーム3iを照射して断面を除去し次の断面を形成し、形成した断面の観察像を取得する。これにより、薄片部5t内部の複数の二次電子像を取得することができる。よって、実際に透過電子像を取得した領域の複数の二次電子像と透過電子像を比較分析することができる。

20

【 0 0 2 8 】

(4) 三次元像構築

上記で説明した方法により薄片部5tの複数の断面を形成し、その観察像を取得する。取得した観察像とビーム送り幅情報を像記憶部14に記憶する。三次元像形成部15で、記憶した観察像とビーム送り幅情報から複数の観察像を組み合わせて三次元像を構築し、表示部10に表示する。三次元像の構築は、図4(b)に示すように断面の観察像40g、40h、40i・・・を、観察像と観察像の間隔が画像のスケールとして、ビーム送り幅程度になるように配置し、観察像を半透明な画像になるように画像処理する。これにより、図4(c)に示すように三次元像41を構築することができる。三次元像41によれば、断面加工観察処理をした領域に含まれる構造物41aを立体的に認識することができる。よって、実際に透過電子像を取得した領域の複数の二次電子像に基づいた三次元像と透過電子像を比較分析することができる。

30

【 符号の説明 】

【 0 0 2 9 】

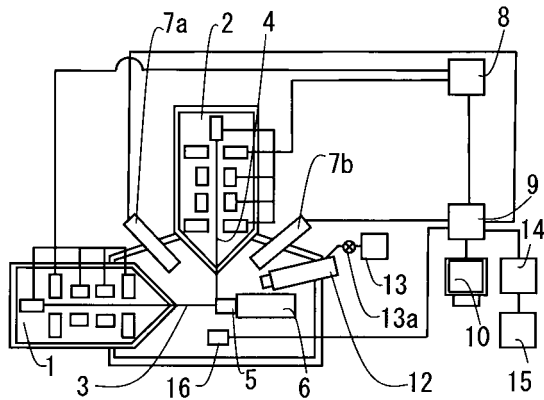
- 1 ... 集束イオンビーム照射系
- 2 ... 電子ビーム照射系
- 3 ... 集束イオンビーム
- 4 ... 電子ビーム
- 5 ... 試料
- 6 ... 試料ステージ
- 7 a ... 二次電子検出器
- 7 b ... 反射電子検出器
- 7 c ... X線検出器
- 8 ... ビーム制御部
- 9 ... 像形成部
- 10 ... 表示部
- 12 ... ガス銃
- 13 ... ガス源

40

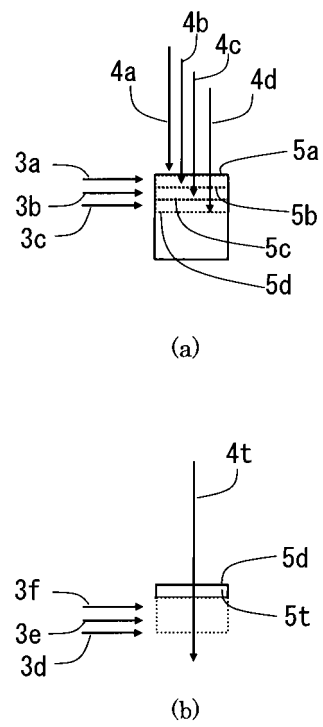
50

- 1 3 a ...バルブ
- 1 4 ... 像記憶部
- 1 5 ... 三次元像形成部
- 1 6 ... 透過電子検出器
- 4 0 g , h , i ... 観察像
- 4 1 ... 三次元像

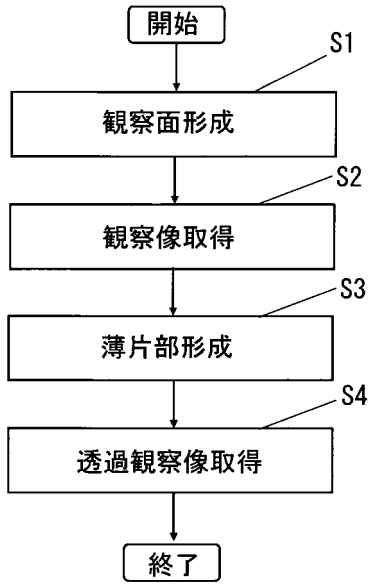
【 図 1 】



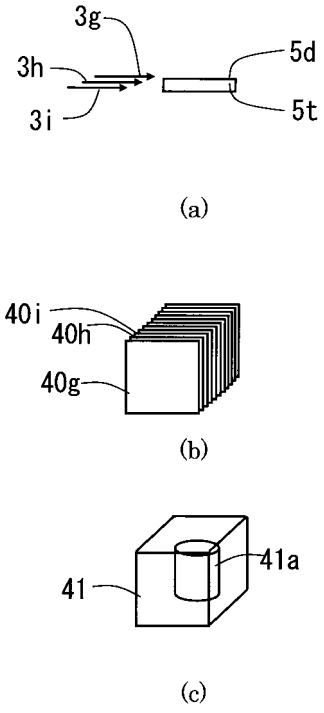
【 図 2 】



【 図 3 】



【 図 4 】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
H 0 1 J 37/26

- (72)発明者 田中 啓一
千葉県千葉市美浜区中瀬 1 丁目 8 番地 エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社内
- (72)発明者 山本 洋
千葉県千葉市美浜区中瀬 1 丁目 8 番地 エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社内
- (72)発明者 満 欣
千葉県千葉市美浜区中瀬 1 丁目 8 番地 エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社内
- (72)発明者 田代 純一
千葉県千葉市美浜区中瀬 1 丁目 8 番地 セイコーインスツル株式会社内
- (72)発明者 藤井 利昭
千葉県千葉市美浜区中瀬 1 丁目 8 番地 エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社内

審査官 藤田 都志行

- (56)参考文献 特開 2 0 0 5 - 3 0 2 6 0 0 (J P , A)
特開 2 0 0 6 - 1 2 7 8 5 0 (J P , A)
特開 2 0 0 7 - 0 1 8 9 3 4 (J P , A)
特開 2 0 0 7 - 1 9 3 9 7 7 (J P , A)
特開 2 0 0 8 - 2 8 6 6 5 2 (J P , A)
特開 2 0 0 9 - 1 4 0 8 9 3 (J P , A)
今野 充, 矢口 紀恵, 橋本 隆仁, 「透過電子顕微鏡および走査透過電子顕微鏡」, 色材協会誌
, 2 0 0 6 年 4 月 2 0 日, Vol. 79, No. 4, p. 147-151
矢口 紀恵, 上野 武夫, 小笠原 光雄, 鍛示 和利, 渡辺 万三志, 「FIB-STEMシステムによるSi
デバイス3D元素分布像観察」, まてりあ, 社団法人日本金属学会, 2 0 0 7 年 1 2 月 1 日, Vo
l. 46, No. 12, p. 794

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
G 0 1 N 2 3 / 0 4
G 0 1 N 2 3 / 2 2 5
G 0 1 N 1 / 2 8
H 0 1 J 3 7 / 3 1 7
H 0 1 J 3 7 / 2 6
J S T P l u s (J D r e a m I I I)
C i N i i