

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2014-153362

(P2014-153362A)

(43) 公開日 平成26年8月25日(2014.8.25)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
GO 1 N 1/28 (2006.01)	GO 1 N 1/28 W	2 G 0 5 2
	GO 1 N 1/28 F	
	GO 1 N 1/28 K	

審査請求 未請求 請求項の数 13 O L (全 17 頁)

(21) 出願番号 特願2014-20115 (P2014-20115)
 (22) 出願日 平成26年2月5日(2014.2.5)
 (31) 優先権主張番号 13154537.8
 (32) 優先日 平成25年2月8日(2013.2.8)
 (33) 優先権主張国 欧州特許庁 (EP)

(71) 出願人 501233536
 エフ イー アイ カンパニ
 FEI COMPANY
 アメリカ合衆国 オレゴン 97124-
 5793 ヒルズボロ ドーソン・クリ
 ク・ドライブ 5350 エヌイー
 7451 NW Evergreen P
 arkway, Hillsboro,
 OR 97124-5830 USA
 (74) 代理人 100107766
 弁理士 伊東 忠重
 (74) 代理人 100070150
 弁理士 伊東 忠彦
 (74) 代理人 100091214
 弁理士 大貫 進介

最終頁に続く

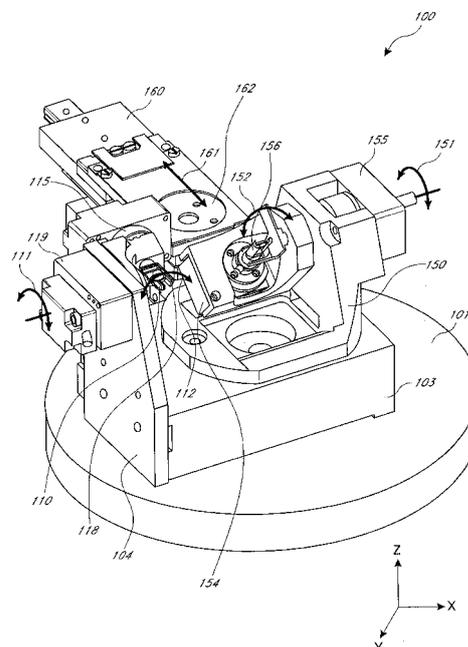
(54) 【発明の名称】 試料調製ステージ

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 試料が破壊されるようになる試料の取扱いを然程要求せずに、STEM又はTEM撮像用の試料の複雑な操作を可能にするシステムを提供する。

【解決手段】 原位置試料調製及び撮像のためのシステム及び方法が記載されている。システムは、試料調製を可能にするよう様々の自由度を備えるバルクステージ110とグリッドステージ150とを有する多軸ステージ100を含む。一部の実施態様では、バルクステージ110の上でラメラを調製するために集束イオンビームが使用される。次に、多軸ステージ100を集束イオンビームシステムから移動させることを必要とせず、ラメラをバルクステージ110からグリッドステージ150に移転し得る。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

バルク試料ホルダと、

該バルク試料ホルダに隣接して試料グリッドを保持するためのグリッド試料ホルダとを含み、

前記バルク試料ホルダは、前記バルク試料ホルダの方向と平行な第 1 のバルク軸について試料位置を回転させ、且つ前記バルク試料ホルダの方向に対して垂直なバルクフリップ軸について前記試料位置も回転させるよう構成され、

前記グリッドホルダは、前記グリッド試料ホルダの方向と平行な第 1 のグリッド軸及び前記グリッド試料ホルダの方向に対して垂直なグリッドフリップ軸について前記試料グリッドを回転させるよう構成される、

多軸試料調製ステージ。

【請求項 2】

前記バルク試料ホルダ及び前記グリッド試料ホルダと接触する熱制御システムを更に含む、請求項 1 に記載の多軸試料調製ステージ。

【請求項 3】

前記熱制御システムは、当該多軸試料調製ステージが 360 度以上回転するのを可能にするよう構成される一連のローラを含む、請求項 2 に記載の多軸試料調製ステージ。

【請求項 4】

前記熱制御システムは、前記グリッド試料ホルダ及び前記バルク試料ホルダの温度を -150 以下に下げるよう構成される、請求項 2 に記載の多軸試料調製ステージ。

【請求項 5】

前記バルク試料ホルダ及び前記グリッド試料ホルダは、グリッド、ブランシット、又はチューブのうち少なくとも 1 つを保持するよう構成される、請求項 1 乃至 4 のうちのいずれか 1 項に記載の多軸試料調製ステージ。

【請求項 6】

前記バルク試料ホルダ又は前記グリッド試料ホルダは、360 度回転するよう構成される、請求項 1 乃至 4 のうちのいずれか 1 項に記載の多軸試料調製ステージ。

【請求項 7】

S / T E M 顕微鏡分析を行うための検出器を更に含む、請求項 1 乃至 4 のうちのいずれか 1 項に記載の多軸試料調製ステージ。

【請求項 8】

請求項 1 乃至 7 のうちのいずれか 1 項に記載の多軸試料調製ステージを含む、集束イオンビームコラムと走査型電子顕微鏡コラムとを有する、デュアルビームシステム。

【請求項 9】

試料を調製する原位置方法であって、

請求項 1 に記載の多軸試料調製ステージを提供すること、

前記バルク試料ホルダ内に貯蔵される試料からラメラを切断すること、

及び

前記ラメラを前記バルク試料ホルダから前記グリッド試料ホルダ上のグリッドに移転することを含む、

方法。

【請求項 10】

ラメラを切断することは、バルク試料の関心領域からラメラを切断するために集束イオンビームを使用することを含む、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 11】

マニピュレータの先端を前記ラメラにはんだ付けすることによって、前記マニピュレータは前記ラメラに取り付けられる、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 12】

前記ラメラを撮像することを更に含む、請求項 9 に記載の方法。

10

20

30

40

50

【請求項 13】

前記ラメラがガラス質の氷又は結晶質の氷を含むか否かを決定するために、前記ラメラを回転させることを更に含む、請求項 9 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本実施態様は、撮像システムのための試料調製の装置及び方法に関する。より具体的には、本実施態様は、原位置試料調製及び撮像を可能にする多数の自由度を有する試料調製ステージに関する。

【背景技術】

【0002】

電子顕微鏡撮像のための試料（サンプル）は、透過光線又は電子放射線の下での観察のために特定の調製を必要とする。例えば、試料の薄いスライス（又は断片）は、グリッド（格子）又はチューブ（管）内のバルク試料から切断又は切削されるのが典型的である。集束イオンビーム（FIB）システムによって或いは FIB 及び電子顕微鏡の両方を含むデュアルビームシステム内で切断又は切削を行い得る。そのようなデュアルビームシステムの実例は、FEI Corporation (Hillsboro, OR, USA) からの Quanta 3D Dual Beam システムを含む。しかしながら、FIB を使用して薄いシリコンが調製された後、試料は撮像に適したプラットフォームに移転されなければならない。適切な画像を捕捉するために、走査型透過電子顕微鏡（STEM）のような顕微鏡撮像は多数の自由度を必要とし得る。

【0003】

他者は多数の自由度を有する STEM 撮像のためのステージを調製した。例えば、特許文献 1 は、基準地点の近傍に試料を位置付けるためのステージ組立体を記載している。ステージ組立体は、試料を取り付け得る試料テーブルと、基準平面に対して垂直な X 軸、基準平面と平行な Y 軸、及び基準平面と平行な Z 軸と実質的に平行な方向に沿う試料テーブルの平行移動（並進）をもたらすよう配置される一組のアクチュエータとを含む。X 軸、Y 軸、及び Z 軸は、相互に直交し、且つ基準地点を通過する。加えて、特許文献 2 は、3 つの垂直な平行移動（並進）及び 2 つの回転を伴う 5 つの自由度において移動させ得るテーブルを有するマニピュレータを記載している。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献 1】米国特許第 7,474,419 号

【特許文献 2】米国特許第 6,963,068 号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら、STEM 又は TEM 分析用の試料を操作する技法はより複雑であり、FIB 切削及び彫刻の両方並びに試料内の氷晶形成又はマニピュレータ間の試料の望ましくない解凍を防止するよう特定の臨界温度で行われるべき後の STEM 分析のために試料を操作することを必要とし得る。よって、必要とされているのは、試料が破壊されるようになる試料の取扱いを然程要求せずに、STEM 又は TEM 撮像用の試料の複雑な操作を可能にするシステムである。

【課題を解決するための手段】

【0006】

1 つの実施態様は、バルク試料ホルダと、バルク試料ホルダに隣接して試料グリッドを保持するためのグリッド試料ホルダとを含み、バルク試料ホルダは、バルク試料ホルダの方向と平行な第 1 のバルク軸について試料位置を回転させ、且つバルク試料ホルダの方向に対して垂直なバルクフリップ軸について試料位置も回転させるよう構成され、グリッド

10

20

30

40

50

ホルダは、グリッド試料ホルダの方向と平行な第 1 のグリッド軸及びグリッド試料ホルダの方向に対して垂直なグリッドフリップ軸について試料グリッドを回転させるよう構成される、多軸試料調製ステージである。

【0007】

他の実施態様は、集束イオンビームと、走査型電子顕微鏡とを有する、デュアルビームシステムである。このシステムは、バルク試料ホルダと、バルク試料ホルダに隣接して試料グリッドを保持するためのグリッド試料ホルダとを含み、バルク試料ホルダは、バルク試料ホルダの方向と平行な第 1 のバルク軸について回転し、且つバルク試料ホルダの方向に対して垂直なバルクフリップ軸についても回転するよう構成され、グリッドホルダは、グリッド試料ホルダの方向と平行な第 1 のグリッド軸及びグリッド試料ホルダの方向に対して垂直なグリッドフリップ軸について回転するよう構成される、多軸試料調製ステージを含む。

10

【0008】

更に他の実施態様は、上述のような多軸試料調製ステージを提供し、次に、バルク試料ホルダ内に貯蔵される試料からラメラを切断し、ラメラをバルク試料ホルダからグリッド試料ホルダ上のグリッドに移転することによる、試料を調製する原位置方法である。

【図面の簡単な説明】

【0009】

【図 1】バルクステージとグリッドステージとを有するベースステージの 1 つの実施態様を示す斜視図である。

20

【図 2】図 1 のバルクステージ及びグリッドステージを示す拡大図である。

【図 3】図 3 の調製済み試料を示す拡大図である。

【図 4】撮像用の試料の原位置調製のための方法の 1 つの実施態様を示すフロー図である。

【図 5】軸受を介した加熱 / 冷却素子の 1 つの実施態様を示す斜視図である。

【発明を実施するための形態】

【0010】

本発明の実施態様は、試料処理システム、及び電子顕微鏡における撮像のために試料を調製する方法に関する。本発明の 1 つの実施態様は、多数の試料場所と幾つかの軸について各試料場所を傾斜させる能力とを有するデュアルビーム電子顕微鏡のための試料調製及び撮像ステージである。多軸ステージの 1 つの実施態様は、例えば、更なる撮像のために試料のラメラを切削し或いは削ぎ落とすよう、バルク試料の集束イオンビーム処理を行うことによって、バルク試料を操作するためのバルク調製ステージを有する。様々の種類の試料を取り扱うために、多軸ステージは、グリッド(grid)、チューブ(tube)、プランシット(planchet)、又は TEM 持ち上げグリッド(TEM liftout grid)のためのホルダを含み得る。加えて、バルク試料を適切に切削し或いは薄く切るために、FIB の下にバルク試料を位置付け得るよう、多数の自由度を備える多数の方向において移動するよう多軸ステージを構成し得る。

30

【0011】

バルク調製ステージに加えて、多軸ステージの実施態様は、撮像のためにグリッド(格子)の上に取り付けられるバルク試料の薄板構造(例えば、ラメラ)を保持するよう構成されるグリッドステージも含む。よって、切断されるや否や、マニピュレータニードルを使用して、バルク試料からのラメラをバルクステージからグリッドステージに移転し得る。一部の実施態様では、グリッドステージは多数の次元に移動し得るので、二重軸(デュアル軸)断層撮影を行うことが可能であり、その場合には、1 つよりも多くの角度を見ることが出来る。バルクステージ及びグリッドステージは同じ多軸ステージの上にあるので、ラメラを切断し、且つ、ラメラをグリッドステージに移転させるために使用されるチャンバに孔を開けることなく切断後のラメラ断面に対する TEM 走査も行うために、単一の多軸ステージを使用し得る。よって、多軸ステージは、多数の自由度を備えるバルクステージと、様々の軸に沿う多数の自由度を備えるグリッドステージとを含み得るので、それ

40

50

はシステムの構成部品が互いに多数の次元に移動することを可能にする。

【0012】

以下に議論するように、多くの異なる種類の処理を試料に適用し得ることが理解されるべきである。本発明の実施態様は、透過電子顕微鏡 (TEM) 又は走査型透過電子顕微鏡 (STEM) 分析用の試料を調製するために使用し得る、あらゆる種類の処理を含む。例えば、バルク試料内に配置される部位 (site) からラメラを調製し得る。このシステムにおいて、バルクステージは、ラメラ部位が配置されるバルク試料を保持する。次に、バルクステージの上でラメラを調製し得る。

【0013】

加えて、本実施態様が如何なる特定の構造の顕微鏡にも限定されないことが理解されるべきである。例えば、試料の画像を捕捉するために使用されるあらゆる種類の顕微鏡が、本実施態様の範囲内にある。そのような顕微鏡は、例えば、可視光顕微鏡、共焦点顕微鏡、赤外顕微鏡、及び近赤外顕微鏡を含む。当業者は、電子顕微鏡に関してここに例示する実施態様を他の種類の顕微鏡に容易に適合させ得ることを認識しよう。

10

【0014】

他の実施態様では、持上げ手順を行い得る。このシステムにおいて、マニピュレータは、バルクステージの上に配置されるラメラをグリッドステージ上のグリッドに移転し得る。一部の実施態様では、マニピュレータが取り外された後、ラメラを更に処理し得る。例えば、集束イオンビームを使用して、ラメラを厚いラメラから薄いラメラに切削し得る。

20

【0015】

ラメラ調製は、(試料の多数の断面を含む)ラメラ部位を捜し出すこと、保護蒸着(例えば、ラメラ部位を金属キャップ層で塗工すること)、基準マーカを追加すること、(例えば、約 $2\ \mu\text{m}$ のラメラを作り出す)粗い切削、(例えば、ラメラを約 $250\sim 400\ \text{nm}$ まで薄くする)中間切削、(例えば、ラメラを仕上げ厚さまで薄くする)微細切削、基板から試料を解放するためにアンダーカットすること、終点化(endpointing)、ラメラを洗浄すること(例えば、低kV洗浄)、及び/又は試料を移転することのような処理を含み得る。

【0016】

集束イオンビームを用いるならば、正確に計器の平均ドリフト(例えば、撮像又は充電の故の試料ドリフト及びステージドリフトの両方を含む)内にラメラを位置付け得る。加えて、一部の実施態様では、断面化(cross-sectioning)中に特定の機能の場所を向上させるために、基準マーカを使用し得る。仕上げ薄肉化の間、使用者は事前切断(及び充填)された基準マーカが断面画像中に見られるまでラメラを薄くし得る。一部の実施態様では、約 $100\ \text{nm}$ の幅で基準マーカ(例えば、線)を切削し得る。それはラメラの最終厚さを判断するための基礎を形成し得る。

30

【0017】

基準マーカを形成するために、(例えば、約 $100\ \text{pA}$ 未満の)小さいビーム及び比較的短いドウェル時間を使用し得る。これらの基準マーカを便宜に立案し得る。デュアルビームシステムを用いるならば、特定の画像場所で薄肉化を停止することによって位置合わせを向上させるために、SEM又はS/TEM(走査型透過電子顕微鏡)を使用し得る。最終場所のためにデュアルビームを用いることなく、測定精度は下向きFIB調製システムのために $50\ \text{nm}$ (3シグマ)のオーダにある。小さいデュアルビームにおける精錬は、実務操作者に nm レベル配置を可能にし得る。配置精度を測定するために、幾つかの異なるメトリクス、即ち、機能に対する基準マーカの配置、及び初期基準マーカに比較されるとき最終ラメラの配置がある。ラメラ内の既知の基準機能の最終配置を測定することによって、全体的な配置も判断し得る。

40

【0018】

一部の実施態様では、1つ又はそれよりも多くのラメラ調製プロセスのために集束イオンビーム法を使用し得る。例えば、部位特定分析、蒸着、及び材料の削摩のために、F I

50

B技法を使用し得る。SEMは、チャンバ内の試料を撮像するために電子の集束ビームを使用するが、FIB構成は、撮像のために低いビーム電流で動作し且つ部位特定スパッタリング又は切削のために高いビーム電流で動作し得るイオンの集束ビームを使用する。電子ビームコラム及びイオンビームコラムの両方を備えるシステム内にもFIBを組み込み得、それらのビームのいずれかを使用して同じ機能が調査されることを可能にする。

【0019】

一部の実施態様では、隔離機能を探すために、或いはバルク試料内の基準機能を完全にカプセル化するために、ラメラの場所を位置付け得る。例えば、単一の機能のみが必要とされるとき、機能に対して僅かの角度でラメラを調製し得る。ここに記載するように、ラメラ場所を位置付けるためにバルク試料が回転させられ或いは反転させられるよう、バルクステージをある軸について回転させ且つ/或いはある軸について反転させ得る。

10

【0020】

現在のFIBシステムは、高解像度撮像能力を有する。原位置薄切(in situ sectioning)と関連付けられるこの能力は、多くの場合において、別個のSEM計器内でFIB断面試験片(標本)を検査する必要を排除する。高解像度撮像のために、並びに敏感な試料に対する損傷を防止するために、SEM撮像は依然として必要とされる。しかしながら、同じチャンバ上でのSEMコラム及びFIBコラムの組み合わせは、両方の利益が利用されることを可能にする。

【0021】

イオンビーム誘導蒸着を介して材料を蒸着させるためにもFIBを使用し得る。例えば、ガスが真空チャンバに導入され、且つ試料の上に化学吸着することが可能にされるときに、FIB支援化学蒸着が起こる。ある領域をビームで走査することによって、前駆体ガスが揮発性及び非揮発性成分に分解される。タングステンのような非揮発性物質は、蒸着物として表面上に残る。下に横たわる金属をビームの破壊的なスパッタリングから保護するために、蒸着金属を犠牲層として使用し得るので、これは有用である。ナノメートルから数百マイクロメートルまでの長さまで、金属蒸着は、必要とされる場所に金属線が蒸着されるのを可能にする。タングステン、プラチナ、コバルト、炭素、金等のような材料を蒸着し得る。

20

【0022】

基準マーカ又は基準は、基準点又は測定点としての使用のために生成画像内に現れる撮像システムの視野内に配置される物体であり得る。基準マーカは、試料内に又は上に配置される何かであり得る。一部の実施態様において、試料の調製は、表面及び/又は埋設基準(例えば、固定基準地点)を含み得る。効果的な基準創成戦略は、自動化プロセスの頑健性(ロバストネス)に対して大きな影響を有し得る。例えば、異なる基準マーカ形状は、極めて異なる挙動を有し得る。

30

【0023】

透過電子顕微鏡(TEM)は、現今では典型的には50~300nmの間の極めて薄い試料を必要とする。ナノメートル尺度のFIBは、正確に薄い領域が選択され且つ調製されることを可能にする。一部の実施態様において、より低いビーム電圧、又はFIBプロセスの完了後の低電圧アルゴンイオンビームを用いた更なる切削は、高解像度「格子撮像」TEM又は電子エネルギー損失分光法のような技法を使用するとき顕著な影響をもたらす表面損傷及び移植を減少させ得る。

40

【0024】

一部の実施態様では、ラメラの大きさ又は厚さを調節するために、粗い、中間の、及び/又は精細な切削を使用し得る。粗い、中間の、及び/又は精細な切削の制御を向上させるために、FIBビームサイズを減少させることを使用し得る。(ドリフト感度の増大を引き起こし得る)遅いエッチング時間とビーム解像度との間の妥協(トレードオフ)があることが理解されよう。一部の実施態様において、その手順は、バルク切削及びアンダーカットのために13nA、中間薄肉化のために1nA、精細切削のために30~100nA、及び最終洗浄のために(1000pAアパーチャを使用する)3kV~120pAを

50

使用する。しかしながら、使用者の好み及び利用可能なアパーチャ条片（ストリップ）の詳細に依存して、中間薄肉化のために、1 n Aの代わりに3 n Aのような変動が可能である。

【0025】

透過技術では、分析は単一の散乱事象において大いに単純化される。加えて、試料はビームを減衰させ、減衰は試料材料（低Z材料よりも高い減衰を示す高Z材料）及び試料厚みの関数である。一般的に、S / T E M試料は、約80 nmの厚さを有する。T E Mに関して、試料は、一般的に、特定の試料及びT E M工具に依存して、約20 nm ~ 80 nmに及ぶ厚さを有する。薄いラメラを断面化することによって、或いは電子ビーム減衰を測定することによって、厚さを測定し得る。低い電子ビームエネルギー（例えば、30 keV）で、薄い試料を使用し得る。高い電子ビームエネルギー（例えば、300 keV）で、より厚い試料を使用し得る。例えば、約1 μmまでの生物学的材料又は典型的には100 nm未満の半導体材料を使用し得る。

10

【0026】

一部の実施態様では、蒸着保護上塗りによって、T E M試料厚さの下向き測定に影響を及ぼし得る。一部の実施態様において、ラメラの断面測定はより一層正確で有用である。一部の実施態様において、ラメラ厚さは実質的に均一である。一部の実施態様において、試料は意図的に異なる厚さで作製される。例えば、一部の実施態様において、ラメラの形状は楔形である。

20

【0027】

システムをF I Bのユーセントリック地点に据え付けることによって、ここに記載するようなシステム及び方法を使用して、プロセスを単純化することもできる。例えば、傾斜ステージシステム（例えば、パルクステージ及び/又はグリッドステージ）は、同時地点、F I Bのユーセントリック、又はS E Mのユーセントリックに基づきユーセントリック地点を設定する選択肢を有する。F I Bのユーセントリック地点に従った工具を設定することによって、試料調製中のビームシフト及び運動を回避し得る。例えば、ユーセントリック性、精密な焦点、旋回地点調節、及び正確な回転中心によって、ビーム傾斜旋回地点を正しいレベルに設定することによって、顕微鏡を同調させ得ることが理解されよう。

【0028】

試料（例えば、ラメラ）移転機構は、2つの一般的な種類、即ち、原位置オートプローブ(in situ autoprobe)、及びガラスロッドを備える実験施設内ブラッキング(ex situ plucking)に分類される。各方法は、適用目的に依存して、利益を有する。例えば、実験施設内持上げは、典型的には、有意により迅速である。

30

【0029】

試料調製における終点化(endpointing)は、試料からの二次的な又は後方散乱される電子を見て、これらを厚さに相関させるために、S E M信号を使用するのが一般的である。一部の実施態様において、方法は明るさを使用する。例えば、極めて薄い試料は、約100 nmより下に薄くされるや否や、（検出器配列及び源に依存して）暗くなるか、或いは明るくなる。正確な値はビームエネルギー及び撮像モードに依存することが理解されよう。S E Mに基づく技法に対する解像度の強化という追加的な利益を伴って、統合S / T E M検出器システムを用いる類似の技法を使用し得る。S / T E Mシステムは直接的な厚さ測定が第1原理から行われることを可能にし、或いは暗視野顕微鏡においてコントラスト差技法を使用し得る。

40

【0030】

ここに開示するシステム及び方法を極低温凍結試料の試料調製のために使用し得る。例えば、顕微鏡チャンバに孔を開けずに方法を遂行し得る。デュアルビーム顕微鏡のような適切に装備された計器内で極低温凍結試料を用いてF I B調製を使用可能であり、生物学的試料、調合剤、フォーム、インク、及び食品のような、液体又は脂肪を含む試料の断面分析を可能にする。以下により詳細に議論するように、システムは、システム内の温度を維持するための温度制御素子を更に含み得る。従って、一部の実施態様では、ここに開示

50

する方法を室温、高温、及び/又は極低温で遂行し得る。

【0031】

ここで使用するとき、「試料」(“sample”)は、生物有機体からの如何なる種類の試料をも含み得るが、典型的には、組織、細胞、ウイルス、細胞構造、又は任意の他の関心の生物学的試料を含む。

【0032】

半導体材料又はポリマのような材料科学用途において使用されるべき電子顕微鏡のために試料を調製し得る。分析電子顕微鏡、低温生物学、タンパク質局在化、電子断層撮影法、細胞断層撮影法、低温電子顕微鏡、毒物学、生物学的生成、ウイルス量モニタリング、粒子分析、薬学的品質制御、構造生物学、3D組織撮像、ウイルス学、及びガラス化のよ

10

【0033】

試料調製システムの概要

図1は、多軸ステージ100の1つの実施態様の斜視図である。多軸ステージ100は、長方形のスタンド103を支持している円形ベース101を含む。長方形のスタンド103の左縁部に取り付けられているのは、バルクステージ110を保持する垂直壁104である。バルクステージ110は、垂直壁104に移動可能に取り付けられ、バルク試料

20

【0034】

バルクステージ110は、例示のように、バルク回転軸112について円周方向において試料ホルダ118を回転させるよう構成される。よって、アクチュエータ115の動作は、多軸ステージ100のY軸の周りの360度の動作を伴う、試料ホルダ118内のバルク試料の回転動作をもたらす。これは試料が試料ホルダ118の方向と平行な軸に沿って回転させられることを可能にする。

【0035】

この回転動作に加えて、バルクステージ110は、バルクフリップ軸111についての多数の自由度も有し、試料をベースステージ100の前部から多軸ステージ100の後部及び背部に「反転させる」(“flip”)ためにX軸の周りで試料ホルダ118を回転させるよう垂直壁104に取り付けられるフリップアクチュエータ119を使用する。これはバルク試料ホルダ118が試料ホルダの方向に対して垂直な線の周りで回転することを可能にする。

30

【0036】

バルク回転軸についてのバルク試料の回転は、回転軸について回転対称な試料をもたらすよう、集束イオンビーム処理のような試料処理を可能にする。これは、イオンビーム処理後の試料内の非等方性/異質性を除去し、或いは減少させ得る。回転軸についてのこの角度自由度(DOF)と共に、バルクフリップ軸111についてもたらされる更なる角度自由度は、第1及び/又は第2の照射ビームに沿って方向付けられるべき試料における広

40

【0037】

具体的な実施態様において、バルクフリップ軸についての試料ホルダ118の角度ストロークは、360度以上である。フリップ軸が多軸ステージ100の(回転軸についてのステージ組立体の適切な角度調節によって)主軸と平行であるよう配置され、且つ集束ビームがイオンビームであるならば、そのような角度ストロークは、ステージ組立体が「イオン旋盤」の一種として使用されるのを可能にする。そのような構成では、フリップ軸についての特別な円筒形/円錐形プロファイルを有することが要求されるチップ(先端)及びプローブのような様々の精密な品目を製造し得る。同様に、レーザビームを第2の照射

50

ビームと使用して「レーザ旋盤」を実現し得る。

【0038】

バルクステージ110に直接的に隣接して長方形のスタンド103に取り付けられているのは、グリッドステージ150である。バルクステージ110と同様に、グリッドステージ150も、幾つかの軸についての多数の自由度を備える試料をもたらすよう、長方形のスタンド103に取り付けられる。図1に示すように、グリッドステージ110は、多数のX及びY次元におけるグリッドホルダ156の動作を可能にするグリッドフリップ軸151及びグリッド回転軸152を有する。グリッド回転軸152に沿う回転動作は、グリッド回転アクチュエータ154によって制御され、グリッドホルダ156を多軸ステージ100のY軸の周りで移動させる。これはグリッドホルダ156がグリッドホルダ156と平行な方向において回転することを可能にする。

10

【0039】

グリッドフリップ軸151に沿う回転動作は、グリッドホルダ156が多軸ステージ100のX軸について回転することを可能にするフリップアクチュエータ155によって制御される。これはグリッドステージ150が多軸ステージ100のY軸の周りの方向において回転することを可能にする。この多軸回転動作は、試料の撮像をもたらすようグリッドホルダ156内に配置される試料のために幾つかの自由度を提供する。

【0040】

当然のことながら、互いに隣接して配置され且つ同じベースに取り付けられるバルクステージ110及びグリッドステージ150を有することによって、イオンビームを使用して試料を調製するためにこの単一ステージを使用し、次に、電子ビームを用いてそれらの試料を撮像し得る。デュアルビーム装置では、多軸ステージをデュアルビーム装置内に配置し、次に、デュアルビーム装置から多軸ステージを取り外すことを必要とすることなく、試料を調製し且つ撮像するために多軸ステージを使用し得る。その上、以下に議論するように、多軸ステージを所望の温度に冷却又は加熱することによって試料を所望の温度に維持し、次に、ステージ及び試料を室温条件に晒すことを必要とすることなく、デュアルビーム装置内で全ての試料操作を行い得る。

20

【0041】

多軸ステージ100の後部には、同じ多軸ステージ100を使用して試料に対する走査型透過顕微鏡分析を行うための検出器ホルダ162の横方向動作を可能にするSTEMステージ160がある。一部の実施態様において、前述の構成部品は、互いに独立して、軸について動き得る。

30

【0042】

多軸ステージ100の後部では、牽引器160(リトラクタ)によって引っ込ませ得る検出器ホルダ162内に収縮自在のS/TEM検出器を配置し得る。例えば、放射線損傷又は化学損傷を回避するために、カバーによって検出器ホルダ162を保護し得る。一部の実施態様では、S/TEM検出器の伸縮自在性(格納性)の代わりにカバーを使用し得る。

【0043】

図2は、バルクステージ110及びグリッドステージ150の1つの実施態様の拡大図であり、それらの相互の関係を示している。バルクステージは、バルク試料220を備えるバルク試料キャリア215を保持するよう構成されるバルクアーム210を含む。バルクアーム210は、バルク試料220の向きが変わるよう、バルクステージについて回転し得る。例えば、バルクアーム210は、バルク試料220を回転させるために、バルク回転軸112について回転し得る。バルクアーム210は、バルク試料220を反転させるために、バルクフリップ軸111について反転もし得る。

40

【0044】

バルクステージ110に隣接しているのはグリッドステージ150であり、試料を保持するよう構成されるグリッドプレート255を保持するよう構成されるグリッドアーム250を備えて示されている。グリッドアーム250は、グリッドプレート255の向きが

50

電子顕微鏡分析中に時間の経過と共に変化するよう、多数の自由度を伴ってグリッドステージについて動き得る。例えば、グリッドアーム 250 は、グリッド回転軸 152 について回転し得る。グリッドアーム 250 は、グリッドプレートを反転させるために、グリッドフリップ軸 151 について反転もし得る。

【0045】

図 2 に示すように、既知の方法によってバルクステージ 100 で試料 220 から取られるラメラをグリッドステージ 150 に移転するために、マニピュレータ 270 及びガス供給システム 280 を使用し得る。図 3 に示すように、更なる分析のために、ラメラ 410 をグリッドプレート 255 に取り付け得る。

【0046】

本実施態様がバルク試料キャリア 215 の如何なる特定の構造にも限定されないことが理解されるべきであるのは勿論である。例えば、試料を保持するために使用され且つここに開示する調製を可能にする如何なる種類の試料キャリアも、本実施態様の範囲内にある。同様に、本実施態様がグリッドプレート 255 の如何なる特定の構造にも限定されないことが理解されるべきである。例えば、試料を保持するために使用され且つここに記載するような更なる処理及び/又は撮像を可能にする如何なる種類のプレートも、本実施態様の範囲内にある。

【0047】

試料調製のための例示的な方法

図 4 は、試料調製システム 100 の 1 つの実施例内にて動作し得る例示的なプロセス 500 を例示するフローチャートである。プロセス 500 は、ブロック 502 で開始し、ブロック 502 で、バルク試料をバルクステージの上に装填する。バルク試料をバルクステージの上に装填した後、プロセスはブロック 504 に進み、ブロック 504 で、持ち上げたグリッドをグリッドステージの上に装填する。次に、プロセス 500 は、ブロック 506 に進み、ブロック 506 で、バルク試料をバルクステージの上で中心化させる。例えば、所望のラメラを作り出すためにバルク試料を適切に位置付けるよう、バルク回転軸についてバルク試料アームを回転させ且つ/或いはバルクフリップ軸についてバルク試料アームを反転させることによって、バルク試料を位置付け得る。

【0048】

バルク試料を位置付けるや否や、プロセス 500 は、ブロック 508 に進み、ブロック 508 で、バルク試料の上に保護金属層を局所的に配置する。他の実施態様では、ブロック 508 及び 510 の順序を逆転させ得ることが理解されるべきである。ここで議論するように、保護金属層は、例えば、プラチナ又はタングステンのような、任意の材料を含み得る。次に、プロセス 500 は、ブロック 510 に進み、ブロック 510 で、使用者はバルク試料上の関心領域を決定する。関心領域は、例えば、蒸着保護金属層内の基準マーカのような、1 つ又はそれよりも多くの隔離された機能及び/又は 1 つ又はそれよりも多くの基準機能を含み得る。代替的に、光学顕微鏡内に試料を前もって配置させることによって、並びに関心領域を示すようレーザマーカを使用することによって、関心領域を印し得る。

【0049】

関心領域を捜し出すや否や、プロセス 500 は、ブロック 512 に進み、ブロック 512 で、ラメラを切断する。ここで議論するように、関心場所の機能を最適化するようラメラを位置付け得る。一部の実施態様では、厚いラメラを切断する。1 つの実施態様では、バルク試料から所望のラメラを切断することを目的とする集束イオンビームを使用してラメラを切断する。当然のことながら、上述のようなバルクステージによって提供される多数の自由度を使用して所望の領域を適切に切断する。ラメラを切断するや否や、操作者はラメラをバルクステージからグリッドステージに移転する。一例として、ブロック 514 で、バルク試料内にマニピュレータを挿入し、次に、ブロック 516 で、バルク試料から切断したラメラにマニピュレータを取り付ける。マニピュレータは、例えば、ラメラに付着するよう構成されるニードル(針)又は他の装置であり得る。例えば、バルクステージ

10

20

30

40

50

と隣接するグリッドステージとの間の輸送を可能にするために、マニピュレータをラメラに一時的に取り付け得る。次に、ブロック 5 1 8 で、マニピュレータはラメラを抽出する。そして、ブロック 5 2 0 で、バルク試料からマニピュレータを引っ込める。

【0050】

次に、プロセス 5 0 0 は、ブロック 5 2 2 に進み、ブロック 5 2 2 で、グリッドステージ上で持ち上げたグリッドを中心化させる。例えば、グリッドアームをグリッド回転軸について回転させることによって、且つ/或いはグリッドアームをグリッドフリップ軸について反転させることによって、持ち上げたグリッド位置付け得る。次に、ブロック 5 2 4 で、ラメラを備えるマニピュレータを挿入し、ブロック 5 2 6 で、持ち上げグリッドにラメラを取り付ける。持ち上げたグリッドにラメラを取り付けるや否や、プロセス 5 0 0 は、ブロック 5 2 8 に進み、ブロック 5 2 8 で、マニピュレータをラメラから切り離す。例えば、ラメラからマニピュレータニードルを切断するために、FIBを使用し得る。次に、ブロック 5 3 0 で、マニピュレータを引っ込め得る。

【0051】

ここで議論するように、一部の実施態様では、ラメラを厚いラメラから薄いラメラに薄板化し得る。例えば、プロセス 5 0 0 は、ブロック 5 3 2 に進み、ブロック 5 3 2 で、集束イオンビームによって、厚いラメラを薄いラメラに薄板化する。

【0052】

ラメラをグリッドステージに移転し、所望の厚さに薄板化した後、プロセス 5 0 0 は、決定ブロック 5 4 0 に進み、小型デュアルビーム装置 (SDB) 内でラメラを検査するかどうかを決定する。SDB装置内に留まらないという決定がなされるならば、ブロック 5 6 0 で、多軸ステージ 1 0 0 を取り外し、ブロック 5 6 5 で、例えば、TEMシステムに移転し得る。しかしながら、SDB内に留まるという決定がなされるならば、試料を直接的にSTEM撮像し得る。例えば、試料は、ブロック 5 5 5 で取り外される前に、ブロック 5 5 0 でSTEM断層撮影分析を受け得る。他の実施例では、試料は、ブロック 5 5 5 で取り外される前に、ブロック 5 4 5 でSTEM撮像を受け得る。

【0053】

本発明の実施態様は本方法の変形もカバーし、それらの変形では、当業者で明らかであるように、例えば、ステップ 5 0 2 及び 5 0 4 を置換したり、ブロック 5 1 0 及び 5 0 8 を置換したり等する。

【0054】

多軸ステージの温度制御

一部の実施態様において、システムは、多軸ステージ 1 0 0 の温度を制御するよう構成される温度制御システムを更に含み得る。図 5 に示すように、多軸ステージ 1 0 0 を加熱又は冷却するが、多軸ステージ 1 0 0 が撮像システム内で円形に動くのを依然として可能にするために、温度制御システム 6 0 0 を使用し得る。温度制御システム 6 0 0 は、一連のコネクタ 6 0 4 を介してプラットフォーム 6 0 2 を通じて載るベース 6 0 1 を含む。プラットフォーム 6 0 2 を撮像システム内で所望のレベルまで上げるために隔離材 6 0 3 のシステムを使用し得る。隔離材 6 0 3 は一連のピン 6 0 8 を通じてプラットフォーム 6 0 2 に取り付けられる。

【0055】

図示のように、ベース 6 0 1 は、金属リング 6 1 2 の中心に整合する円筒形スリーブ 6 1 0 内に適合する。スリーブ 6 1 0 の頂面 6 1 4 に取り付けられているのは、熱移転媒体を移動させるよう構成される熱移転パイプ 6 1 6 を含む伝熱体 6 2 0 である。1つの実施態様において、熱移転媒体は、冷却させられた乾燥又は液体窒素であり、流量計(図示せず)を用いて乾燥窒素の流速を制御することによって、或いは熱抵抗器のような補助的な熱源を追加することによって、熱移転プレート 6 2 0 の温度を制御し得る。よって、熱移転パイプ 6 1 6 を通じて循環する熱移転媒体の種類及び量を制御することによって(及び/又は余分な熱源を制御することによって)、使用者は、結果として得られる熱移転プレート 6 2 0 の温度を制御し得る。

【 0 0 5 6 】

熱移転プレート 6 2 0 と接触して、熱移転プレート 6 2 0 の上には、複数のスロット 6 3 5 を有する軸受リング 6 3 0 がある。軸受リング 6 3 0 の複数のスロット 6 3 5 の各々は、熱伝導性ローラ 6 4 0 を保持するよう構成される。熱伝導性ローラ 6 4 0 の上には、頂部プレート 6 5 0 がある。頂部プレート 6 5 0 は、取付けブラケット 6 6 0 と、芯出しピン 6 6 5 とを含み、芯出しピン 6 6 5 は、多軸ステージ 1 0 0 と共に載り、且つ熱加熱又は冷却機能性を多軸ステージ 1 0 0 にもたらしよう設計される。頂部プレート 6 5 0 は、ベース 6 0 1 を介して駆動させられて、その軸の周りで回転し得る。

【 0 0 5 7 】

想像し得るように、多軸ステージが取付けブラケット 6 6 0 内に取り付けられるとき、ステージはローラ軸受（例えば、玉軸受又は針状ころ軸受）の上で 3 6 0 度回転し、パイプ 6 1 6 を通じて流れる熱移転媒体との熱伝導率を依然として維持し得る。この実施態様では、全ての部品を高い熱伝導率で設計し得る。例えば、ころ軸受を 4 6 W / m K の伝導率を備える鋼で作製し得る。コールドステージ部品を無酸素銅又は高い熱伝導率を備える他の材料、例えば、金で作製し得る。一部の実施態様において、シャトル受器の温度は、- 1 2 0 、 - 1 3 0 、 - 1 4 0 、 - 1 5 0 、 - 1 6 0 、 - 1 7 0 、又は - 1 8 0 以下の温度まで下がり得る。一部の実施態様では、加熱液体又は気体をパイプ 6 1 6 内に注入することによってシステムが冷却されるよりもむしろ加熱されるよう熱を移転するために、装置を使用し得る。

10

【 0 0 5 8 】

ステージは所要の機械的支持及び自由度をもたらす 1 つのころ軸受を備え得るが、ステージは、ステージを、例えば、液体窒素によって冷却される固定的な冷却体と熱的に接続する、第 2 のころ軸受を更に示すことを留意のこと。

20

【 0 0 5 9 】

氷の凍結状態を検知すること

他の実施態様は、試料内のガラス質の氷の状態を決定することに関する。これは、凍結試料上の薄肉断面の関心領域で通常取られる T E M 電子線回折パターンに依存するのが普通である。ガラス質の氷状態は、生物学的細胞膜又は分散粒子のような自然構造形態を維持するために有用である。対照的に、結晶氷はそれらの構造又は分配を妨害する。リングパターンは氷が非晶質（ガラス質）であることを示すのに対し、スポットパターンは六角形又は立方体の結晶構造を示す。鋭過ぎる又は鈍ら過ぎる回折の故に、ガラス質の結果は頻りに論争中であり、或いは、その T E M 電子銃によって、W、L a B 6、又は F E G が生成された。

30

【 0 0 6 0 】

T E M 断面が作製されるとき、人は周囲の氷がその時点で結晶質であるか或いはガラス質であるかを知りたがる。これは使用者がその試料で継続することが有用であるか或いは新鮮な試料で開始することが有用であるかを知るのに役立つ。

【 0 0 6 1 】

1 つの代替的な実施態様は、試料用の電界放出銃 S E M 又は S E M において使用し得る方法であり、その場合には、温度を 1 3 6 K (- 1 3 7) のガラス転移温度より下の温度に維持することが重要である。この実施態様では、水平平面に対して回転させられ且つ傾斜させられるとき、所望の電圧で電子ビームを使用して、分析検出器によってそれを下から観察し得るよう、氷試料は所望の厚さに切削された F I B である。氷試料を水平平面から正又は負の角度に傾斜させることは、分析検出器が異なる透過方位コントラスト (transmitted orientation contrast) を観察することを可能にする。この異なる方位コントラストは、結晶形態が存在するならば、薄い試料内の異なる方位の結晶の格子から来る。試料がガラス質であるために結晶形態が存在しないならば、試料が傾斜させられるに応じて、コントラストは一定のままである。

40

【 0 0 6 2 】

これは試料が結晶氷を形成したか否かを検出するのを可能にする。この理由は、ガラス

50

質の状態が無作為な原子構造の状態であり、従って、方位コントラストを示さないことにある。これは（六角形の氷汚染が移転中に結果を汚し得る）クライオTEMシステムへの更なる移転を行うことなく、FEG SEM内に直ぐに作製されるときに、試料の氷状態を決定する極めて直接的で確実な方法である。ナノメートル以下の解像度で解像するSEM及びデュアルビーム計器の改良を用いるならば、直接解像撮像(direct resolution imaging)又は角断層撮影(angular tomography)のためにTEMに移転する必要が殆どない多くの場合がある。従って、この方法はSEM又はデュアルビーム計器内の選択的な氷の状態を確認するのに便利である。

【0063】

均等物

10

前記に明文化した明細は当業者が本実施態様を実施するのに十分であると考えられる。前記の記述及び実施例は特定の好適実施態様を詳述し、発明者によって熟考される最良の形態を記載している。しかしながら、前述の記載が文書上どれほど詳細に見えても、本発明を多くの異なる方法において実施し得ること、並びに本発明は付属の請求項及びそれらのあらゆる均等物に従って解釈されるべきであることが理解されよう。

【0064】

ここで、「含む」という用語は、列挙される素子のみならず、あらゆる追加的な素子をも更に含む、開放型であることが意図される。

【符号の説明】

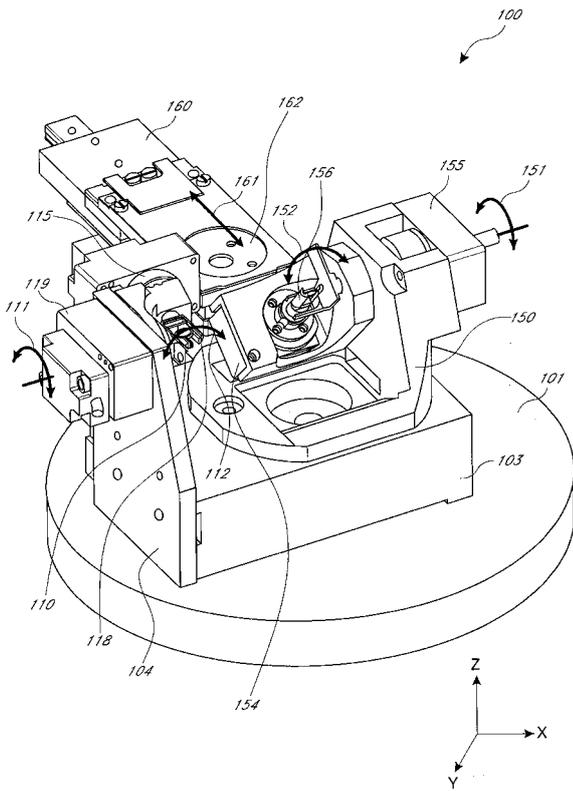
【0065】

20

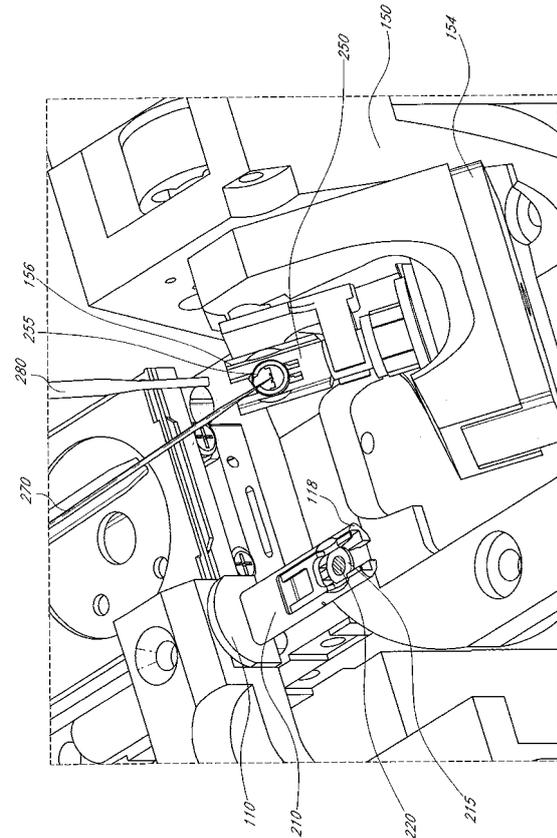
- 100 多軸ステージ (multi-axis stage)
- 101 ベース (base)
- 103 スタンド (stand)
- 104 垂直壁 (vertical wall)
- 110 バルクステージ (bulk stage)
- 111 バルクフリップ軸 (bulk flip axis)
- 112 バルク回転軸 (bulk rotation axis)
- 115 バルク回転アクチュエータ (bulk rotation actuator)
- 118 試料ホルダ (sample holder)
- 119 フリップアクチュエータ (flip actuator) 30
- 150 グリッドステージ (grid stage)
- 151 グリッドフリップ軸 (grid flip axis)
- 152 グリッド回転軸 (grid rotation axis)
- 154 グリッド回転アクチュエータ (grid rotation actuator)
- 155 フリップアクチュエータ (flip actuator)
- 156 グリッドホルダ (grid holder)
- 160 STEMステージ (STEM stage)
- 161 横方向動作 (transverse movement)
- 162 検出器ホルダ (detector holder)
- 210 バルクアーム (bulk arm) 40
- 215 バルク試料キャリア (bulk sample carrier)
- 220 バルク試料 (bulk sample)
- 250 グリッドアーム (grid arm)
- 255 グリッドプレート (grid plate)
- 270 マニピュレータ (manipulator)
- 280 ガス供給システム (gas supply system)
- 410 ラメラ (lamella)
- 500 プロセス (process)
- 502 ブロック (block)
- 504 ブロック (block) 50

5 0 6	ブロック (block)	
5 0 8	ブロック (block)	
5 1 0	ブロック (block)	
5 1 2	ブロック (block)	
5 1 4	ブロック (block)	
5 1 6	ブロック (block)	
5 1 8	ブロック (block)	
5 2 0	ブロック (block)	
5 2 2	ブロック (block)	
5 2 4	ブロック (block)	10
5 2 6	ブロック (block)	
5 2 8	ブロック (block)	
5 3 0	ブロック (block)	
5 3 2	ブロック (block)	
5 4 0	決定ブロック (decision block)	
5 4 5	ブロック (block)	
5 5 0	ブロック (block)	
5 5 5	ブロック (block)	
5 6 0	ブロック (block)	
5 6 5	ブロック (block)	20
6 0 0	温度制御システム (thermal control system)	
6 0 1	ベース (base)	
6 0 2	プラットフォーム (platform)	
6 0 3	隔離材 (standoff)	
6 0 4	コネクタ (connector)	
6 0 8	ピン (pin)	
6 1 0	スリーブ (sleeve)	
6 1 2	金属リング (metal ring)	
6 1 4	頂面 (top surface)	
6 1 6	熱移転パイプ (heat transfer pipe)	30
6 2 0	熱移転体 (heat transfer body)	
6 3 0	軸受リング (bearing ring)	
6 3 5	スロット (slot)	
6 4 0	熱伝導性ローラ (thermally conductive roller)	
6 5 0	頂部プレート (top plate)	
6 6 0	取付けブラケット (mounting bracket)	
6 6 5	芯出しピン (centering pin)	

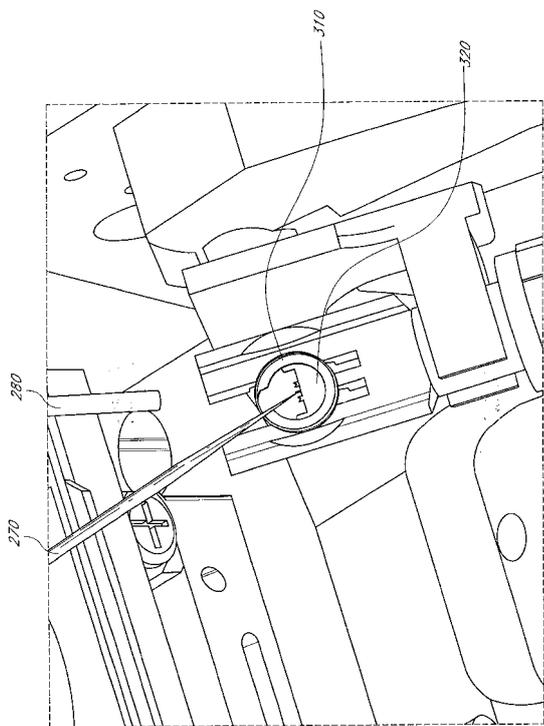
【図1】



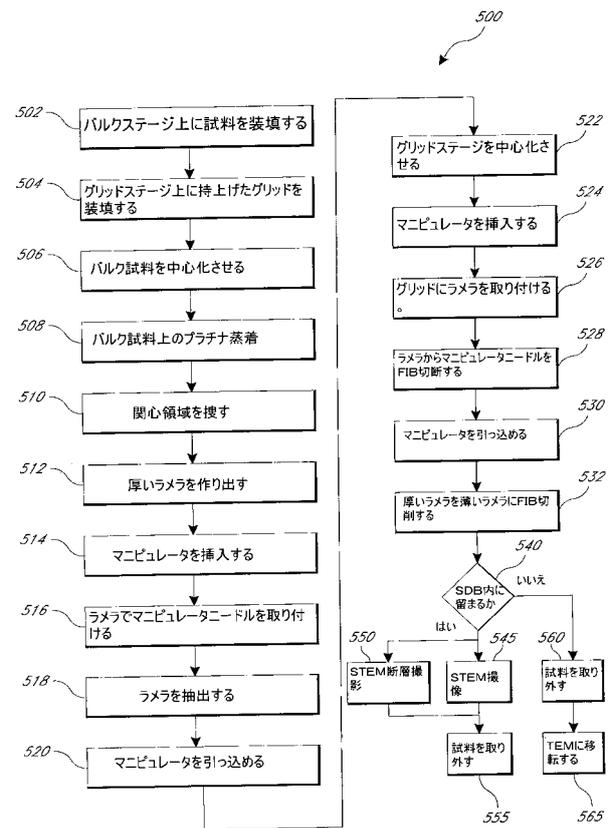
【図2】



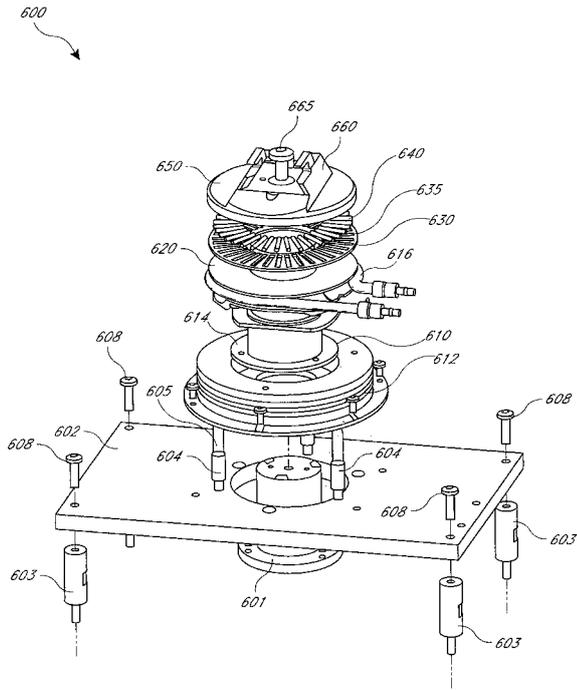
【図3】



【図4】



【 図 5 】



フロントページの続き

- (74)代理人 100133983
弁理士 永坂 均
- (72)発明者 ヨハネス アントニウス ヘンドリクス ウィルヘルムス ヘラルドス ペルスーン
オランダ国, 5 5 8 3 ヘーイクス ワールレ, フォンデルフェルト 1 3
- (72)発明者 アンドレアス テオドラス エンヘレン
オランダ国, 5 6 2 9 カーハー エイントホーフエン, ウィルデマン 4 1
- (72)発明者 マティエス ペトリュス ウィルヘルムス ファン デン ボハード
オランダ国, 5 2 8 3 エルペー ボクステル, ショパンストラート 2
- (72)発明者 ルドルフ ヨハネス ペーター ヘラルドゥス スカンパー
オランダ国, 5 9 3 2 アーウェー テーゲレン, メッテルニヒストラート 1 9
- (72)発明者 マイケル フレドリック ヘイルズ
オランダ国, 5 6 2 7 ハーアー エイントホーフエン, プロヴェンスホフ 1 1
- Fターム(参考) 2G052 DA33 EB12 EC18 GA34 GA35 HC36