



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104067368 B

(45)授权公告日 2016.08.24

(21)申请号 201280067960.9

(22)申请日 2012.12.03

(30)优先权数据

2012-012610 2012.01.25 JP

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2014.07.24

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2012/081231 2012.12.03

(87)PCT国际申请的公布数据

W02013/111453 JA 2013.08.01

(73)专利权人 株式会社日立高新技术

地址 日本东京都

(72)发明人 寺田尚平 谷口佳史 长久保康平

(74)专利代理机构 北京银龙知识产权代理有限公司 11243

代理人 张敬强 严星铁

(51)Int.Cl.

H01J 37/20(2006.01)

(56)对比文件

US 2011/0155906 A1, 2011.06.30,

US 2011/0253905 A1, 2011.10.20,

US 2011/0253905 A1, 2011.10.20,

US 6388262 B1, 2002.05.14,

CN 101275895 A, 2008.10.01,

US 2011/0155906 A1, 2011.06.30,

审查员 梁明明

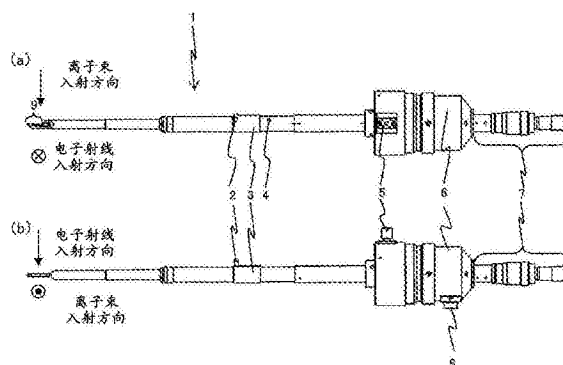
权利要求书2页 说明书11页 附图15页

(54)发明名称

电子显微镜用试样支架

(57)摘要

本发明的目的是提供一种能够配置多个试样台且至少一个试样台能够移动,并且能够利用聚焦离子束装置制作多个透射型电子显微镜用试样的电子显微镜用试样支架。在试样支架(1)的前端部设有支架前端开口部(9)。并且,在试样支架(1)的后端部具有按钮(5)、旋转机构(6)、粗调机构(7)以及连接器(8)。通过按压按钮(5)而使旋转机构(6)的固定被解除,从而从旋转机构(6)至后端部、以及试样支架的前端部进行旋转。利用本旋转机构,能够使利用透射型电子显微镜进行观察的情况和利用聚焦离子束装置制作透射型电子显微镜用试样的情况的试样的配置进行旋转。并且,能够利用粗调机构(7)及微调机构使试样台移动。



1. 一种带电粒子线装置用试样支架,其能够与聚焦离子束装置共用,且支撑由带电粒子装置观察的试样,其特征在于,

具备:能够将多个试样台分别设置的多个试样放置台;能够使上述多个试样放置台之中的至少一个试样放置台移动的试样驱动部;用于使上述试样支架的前端旋转的旋转机构;能够沿试样支架的长轴方向移动的粗调机构以及能够沿正交的三轴方向移动的微调机构,

上述带电粒子线装置用试样支架还具有按钮,通过按压按钮而使上述旋转机构的固定被解除,

上述试样驱动部随着上述旋转机构的旋转而进行旋转,从而能够在聚焦离子束装置内加工支撑在上述多个试样台上的多个试样,并且

能够从该多个试样获取透射型电子显微镜图像、电子衍射图像、光谱图像或扫描透射型电子显微镜图像,

上述粗调机构以及上述微调机构随着上述旋转机构的旋转而进行旋转。

2. 根据权利要求1所述的带电粒子线装置用试样支架,其特征在于,
在上述试样支架的前端具有用于使带电粒子线通过的开口部。

3. 根据权利要求1所述的带电粒子线装置用试样支架,其特征在于,
在试样放置台上具有能够改变试样台的高度的高度调整螺钉。

4. 根据权利要求1所述的带电粒子线装置用试样支架,其特征在于,
上述试样台利用试样台压板及压紧螺钉固定在上述试样放置台上。

5. 一种能够与聚焦离子束装置共用的透射型电子显微镜用试样支架,其特征在于,

具有:能够将多个试样台分别设置的多个试样放置台;能够使上述多个试样放置台之中的至少一个试样放置台移动的试样驱动部;用于使上述试样支架的前端旋转的旋转机构,能够沿试样支架的长轴方向移动的粗调机构以及能够沿正交的三轴方向移动的微调机构,

上述透射型电子显微镜用试样支架还具有按钮,通过按压按钮而使上述旋转机构的固定被解除,

上述试样驱动部随着上述旋转机构的旋转而进行旋转,从而能够使由透射型电子显微镜观察时和由聚焦离子束装置制作透射型电子显微镜用试样时的试样配置发生旋转,

上述粗调机构以及上述微调机构随着上述旋转机构的旋转而进行旋转。

6. 根据权利要求5所述的透射型电子显微镜用试样支架,其特征在于,

在上述试样支架的前端部具有向与电子射线的通过方向不同的方向开放的支架前端开口部。

7. 根据权利要求6所述的透射型电子显微镜用试样支架,其特征在于,
支架前端开口部具有向与电子射线的通过方向垂直的方向开放的支架前端开口部。

8. 根据权利要求5所述的透射型电子显微镜用试样支架,其特征在于,
在试样放置台上具有能够改变试样台的高度的高度调整螺钉。

9. 根据权利要求5所述的透射型电子显微镜用试样支架,其特征在于,

固定在上述试样台上的试样沿着与透射型电子显微镜所附带的电子分光器的能量分散轴正交的方向进行配置。

10. 根据权利要求5所述的透射型电子显微镜用试样支架, 其特征在于, 上述试样台利用试样台压板及压紧螺钉固定在上述试样放置台上。

11. 一种试样分析方法, 其特征在于,

包括: 对于固定在试样支架上的试样, 通过试样驱动部使试样台之中的至少一个试样台移动并使多个试样台接近, 从上述支架前端开口部向支撑于上述多个试样台的各个试样照射离子束, 向与上述离子束的入射方向垂直的方向对上述多个试样进行薄片化的步骤; 通过按压按钮而使旋转机构的固定被解除, 旋转旋转机构从而带动试样支架的前端开口部进行旋转的步骤; 随着上述试样支架前端开口部的旋转, 使上述试样驱动部旋转并使上述多个试样的配置旋转的步骤; 随着上述旋转, 使能够沿上述试样支架的长轴方向移动的粗调机构以及能够沿正交的三轴方向移动的微调机构旋转的步骤, 以及在使上述试样支撑在上述多个试样台的状态下, 从上述多个试样获得透射型电子显微镜图像、电子衍射图像、光谱图像或扫描透射型电子显微镜图像的步骤,

其中, 上述试样支架利用所述离子束对上述试样进行薄片化, 并且具有上述支架前端开口部, 并且能够设置多个试样台, 上述支架前端开口部向相对于用于观察上述薄片化的试样和进行元素分析的电子射线的入射方向至少垂直的方向开放。

12. 一种带电粒子线装置, 其特征在于,

搭载有权利要求1~4中任一项所述的带电粒子线装置用试样支架。

电子显微镜用试样支架

技术领域

[0001] 本发明涉及透射型电子显微镜用试样支架,其能够配置多个设有试样的试样台,至少一个试样台能够沿三轴方向移动,并且能够在聚焦离子束内进行多个TEM试样加工。

背景技术

[0002] 随着半导体装置或磁装置等的加工尺寸微细化且高集成化,到目前为止以上的装置特性的劣化和可靠性的降低成为重要的问题。近年来,在新工艺的开发和批量生产过程中,为了对纳米领域的半导体装置的不良进行分析,并从根本上查清不良原因并解决,不仅是利用(扫描)透射型电子显微镜((Scanning)Transmission Electron Microscopy:(S)TEM)的图像观察,而且利用电子衍射的晶体结构分析、和使用电子能量损失分光法(Electron Energy Loss Spectroscopy:EELS)、能量分散型X射线分光法(Energy Dispersive X-ray spectroscopy:EDX)等的光谱分析和二维元素分布分析成为必要的分析方法。

[0003] 另外,在锂离子电池的正极材料等的能量环境材料中,希望与以往相比显著提高材料特性。要提高材料特性,纳米水平的结构、化学键状态的控制非常关键。因此,上述分析技术的需求正在增加。

[0004] 在此,上述分析方法之中,对电子能量损失光谱的测定方法进行详细说明。

[0005] 电子能量损失光谱大致分为:当通过试样时不损失能量的零损失光谱、激发价电子带的电子而损失能量从而得到的等离激元损失光谱、激发内壳电子而损失能量从而得到的内壳电子激发损失光谱。在内壳电子激发损失(芯部损失)光谱中,能够观察到吸收端附近的微细结构。

[0006] 该结构被称为吸收端微细结构(Energy Loss Near-Edge Structure:ELNES),具有反映了试样的电子状态和化学键状态的信息。并且,能量损失值(吸收端位置)是元素固有的,因此能够进行定性分析。另外,根据被称为化学位移的吸收端位置的位移还能获得与所关注的元素的周边的配位相关的信息,因此还能够进行简单的状态分析。

[0007] 以往,在获取试样上的不同部位上的电子能量损失光谱的情况下,通过组合使收缩至较小的电子射线利用扫描线圈在试样上进行扫描的扫描透射型电子显微镜、与能够利用电子射线所具有的能量进行分光的电子分光器,对投射了试样的电子射线进行分光,从而连续地获得电子能量损失光谱。

[0008] 然而,在使用该方法的情况下,由于随着装置周边的干扰变化所引起的电子射线的加速电压的漂移和磁场、电场的变化,电子能量损失光谱的像差和原点位置发生变化,因此难以对各测定位置上的电子能量损失光谱的吸收端微细结构的形状和极小的化学位移进行比较。

[0009] 于是,例如在专利文献1中,记载了如下内容,在通常的透射型电子显微镜中获得使X轴、Y轴双方的焦点位置处于同一面的透射型电子显微镜图像,相对于此,通过上述的透射型电子显微镜具备电子分光器,并且使X轴与Y轴上的焦点位置不同,从而利用图像检

测器获取X轴的焦点位置处于光谱面、且一方的Y轴的焦点位置处于图像面的二维画像。

[0010] 其结果,能够对试样在Y轴方向上的电子能量损失光谱进行分离而进行观察。即,利用图像检测器获得的图像如图2(b)所示,能够观察到X轴为能量损失量即能量分散轴、且Y轴具有试样的位置信息的光谱图像。光谱图像与图2(a)所示的透射型电子显微镜图像的各层叠膜相对应,并观察到带状。并且,若从图2(a)中,在与各层叠膜相对应的各部位抽出光谱图像的强度曲线,则如图2(c)所示,能够同时观察到试样的不同位置上的电子能量损失光谱,能够对不同位置上的电子能量损失光谱的吸收端微细结构和极小的化学位移进行详细比较。

[0011] 专利文献1所记载的X轴为能量损失量、Y轴具有试样的位置信息的光谱图像,是变更电子分光器等的透镜作用、且使X轴与Y轴的焦点位置不同、并利用图像检测器获得的二维画像,即,能够同时观察试样的不同位置上的多个点的电子能量损失光谱。在本技术中公开了如下技术内容,从一个试样中的不同的多个点获取光谱图像即电子能量损失光谱,用于讨论由化学键状态的不同所引起的化学位移。

[0012] 另外,在专利文献2中公开了如下透射型电子显微镜用试样支架,其能够从多个试样同时获取光谱图像,并且测定电子能量损失光谱及化学位移。

[0013] 专利文献2所公开的透射型电子显微镜用试样支架,具有能够配置多个试样台的试样放置台。并且,至少一个试样放置台能够利用驱动机构进行移动,能够使多个试样台接近。

[0014] 利用上述的专利文献2所公开的透射型电子显微镜用试样支架,能够从多个试样同时获取光谱图像,并且能够测定电子能量损失光谱及化学位移。

[0015] 在上述的技术中,能够从多个试样同时获取光谱图像。但是,在上述技术的支架中,虽然在试样前端部设有用于使电子射线通过的开口部,但是在用于TEM试样的制作等中的聚焦离子束装置(Focused Ion Beam:FIB)的装置内未设置用于使离子束照射试样的开口部,无法使用上述技术的支架在FIB内制作TEM用的薄片试样。因此,需要在使用其他的试样支架在FIB内制作TEM试样之后,重新设置在上述试样支架上。

[0016] 在专利文献3中公开了利用FIB的TEM试样制作以及能够进行TEM观察的试样支架。

[0017] 上述的公开技术虽然能够利用相同的试样支架进行利用FIB的试样制作以及TEM观察,但是试样台只能设置一个,并且上述试样台不能移动,因此难以从设置在多个试样台上的试样同时获取EELS。

[0018] 现有技术文献

[0019] 专利文献

[0020] 专利文献1:日本特开平10—302700号公报

[0021] 专利文献2:日本特开2010—009943号公报

[0022] 专利文献3:日本特开平6—103947号公报

发明内容

[0023] 发明要解决的问题

[0024] 本发明的目的是提供一种如下试样支架及试样台,在电子显微镜用试样支架中能够配置多个试样台,至少一个试样台能够移动,并且能够在聚焦离子束装置内进行多个TEM

试样加工,能够以高空间分辨率从配置在试样支架内的所有试样获取透射型电子显微镜图像、电子衍射图像、光谱图像、扫描透射型电子显微镜图像等。

[0025] 用于解决问题的手段

[0026] 即,本发明的一个方式的电子显微镜用试样支架能够配置多个试样台,并且具备:使试样台移动的试样驱动部;使试样台进行旋转的旋转机构部;以及位于试样支架前端部的开口部。

[0027] 发明的效果

[0028] 根据本发明,能够实现如下试样支架及试样台,其配置多个试样台,且至少一个试样台能够移动,并且能够聚焦离子束装置内进行多个透射型电子显微镜用的试样加工,能够以高空间分辨率从配置在试样支架内的所有试样获取透射型电子显微镜图像、电子衍射图像、光谱图像、扫描透射型电子显微镜图像等。

[0029] 并且,由于是能够并用于透射型电子显微镜和聚焦离子束装置的试样支架,因此在设置试样时能够设定大致的试样位置,现有技术中所需的沿三轴方向的粗调机构能够仅在一轴方向上驱动,能够实现试样支架后端部的轻量化,还能够减轻试样漂移。

附图说明

[0030] 图1是本发明的实施例的试样支架,是用透射型电子显微镜观察试样时的概略俯视图(a)及侧视图(b)。

[0031] 图2是由透射型电子显微镜获得的透射型电子显微镜图像、光谱图像以及电子能量损失光谱的说明图。

[0032] 图3是本发明的实施例的试样支架,是用聚焦离子束装置加工试样时的概略俯视图(a)及侧视图(b)。

[0033] 图4是对本发明的实施例的试样支架的前端部进行了放大的概略俯视图(a)及沿着(a)所示的A-A'线的概略剖视图(b)。

[0034] 图5是表示在本发明中用于设置试样的试样台的一例的说明图。

[0035] 图6是表示在本发明中用于设置试样的试样台的一例的说明图。

[0036] 图7是表示在本发明中使用图5的试样台并利用聚焦离子束装置制作透射型电子显微镜用的观察试样时的一例的说明图。

[0037] 图8是表示在本发明中使用图5的试样台并利用具有电子分光器的透射型电子显微镜获取光谱图像时的试样的配置的说明图。

[0038] 图9是表示在本发明中使用图5的试样台并利用具有电子分光器的透射型电子显微镜获取光谱图像时的试样的配置的说明图。

[0039] 图10是表示在本发明中使用图5的试样台并利用具有电子分光器的透射型电子显微镜获取光谱图像时的试样的配置的说明图。

[0040] 图11是表示在本发明中使用图5的试样台并利用具有电子分光器的透射型电子显微镜获取光谱图像时的试样的配置的说明图。

[0041] 图12是表示在本发明中使用图6的试样台并利用聚焦离子束装置制作透射型电子显微镜用的观察试样时的一例的说明图。

[0042] 图13是表示在本发明中使用图6的试样台并利用具有电子分光器的透射型电子显

显微镜获取光谱图像时的试样的配置的说明图。

[0043] 图14是表示在本发明中使用图6的试样台并利用具有电子分光器的透射型电子显微镜获取光谱图像时的试样的配置的说明图。

[0044] 图15是应用了本发明的一个实施例的透射型电子显微镜的概略结构图。

[0045] 图16是使用本发明的试样支架并在聚焦离子束装置内将试样片固定在试样台上之后所获取的扫描离子显微镜图像。

[0046] 图17是使多个测定试样接近之后所获取的透射型电子显微镜图像。

[0047] 图18是从多个试样获取的电子能量损失光谱。

具体实施方式

[0048] 以下,基于附图详细说明本发明的实施方式。另外,在用于说明实施方式的所有附图中,原则上对相同的部件标注相同的附图标记,并省略其重复的说明。

[0049] 图15是示意性地表示作为本发明的一个实施方式的透射型电子显微镜装置的结构概略结构图。另外,透射型电子显微镜装置101具有电子分光器108。

[0050] 本实施方式的透射型电子显微镜装置101具有用于发射电子射线103的电子源102、聚焦透镜104、物镜106、成像透镜系统107(成像透镜)、荧光屏109、电子分光器108、图像显示装置114、数据存储装置115、以及中央控制装置116。在聚焦透镜104与物镜106之间,配置有具备多个试样台13、14的透射型电子显微镜用试样支架(以下、称之为试样支架)1。在试样台13、14上固定有试样。

[0051] 电子分光器108具有磁场区段110、多极透镜111、112、以及图像检测器113。

[0052] 另外,关于透射型电子显微镜装置101的结构、电子分光器108的结构,并不局限于此。并且,配置电子分光器108的位置也不做特别限定。在本实施方式中,虽然在荧光屏109与图像显示装置114之间配置了电子分光器108,但是电子分光器108也可以配置在成像透镜系统107之间。

[0053] 在该透射型电子显微镜装置101中,从电子源102发射的电子射线103通过聚焦透镜104,并照射到固定在试样台13、14上的试样上。透射了试样的电子射线103通过物镜106和由多个构成的成像透镜系统107,在打开荧光屏109的情况下,电子射线103直接进入到电子分光器108。

[0054] 进入到电子分光器108内的电子射线103,通过电子分光器108内的用于降低电子能量损失光谱的像差等的多极透镜111、112和能够利用电子射线103所具有的能量进行分光的磁场区段110之后,作为透射型电子显微镜图像、二维元素分布图像、光谱图像等,利用图像检测器113进行拍摄之后,显示在图像显示装置114上,并存储在数据存储装置115中。并且,磁场区段110和多极透镜111、112由中央控制装置116进行控制。另外,在中央控制装置116中,能够控制透射型电子显微镜图像、二维元素分布图像、光谱图像的获取模式的切换。

[0055] 图像检测器113还能够配置在荧光屏109的正下方,能够在进入电子分光器108之前获取透射型电子显微镜图像和电子衍射图像。在想要使电子射线103通过电子分光器108时,还能够将图像检测器113从电子射线103的通路中拔出。

[0056] 在获取光谱图像时,为了限制想要获取光谱的地方,有时还插入视场限制狭缝

117,该视场限制狭缝117在X轴方向即与能量分散轴相同的方向上较短,且在Y轴方向即试样测定位置方向上较长。

[0057] 试样支架1整体能够利用试样支架移动装置118在透射型电子显微镜101内移动。并且,在试样支架1上具有能够使试样台在大范围内移动的粗调机构7、以及用于调整位置以使试样台切实地接近所需位置的微调机构119,微调机构119能够利用试样移动装置120使试样台移动。

[0058] 在图15中,假设记载了试样支架1的粗调机构7通过手动来使驱动用试样放置台移动,但也能够与微调机构119同样地利用试样移动装置120进行移动。

[0059] 试样台13、14中至少一方能够利用粗调机构7和微调机构119沿着试样支架1的长轴方向移动,并且能够随时移动以同时获取固定在试样台13、14上的试样的电子能量损失光谱。固定在试样台13、14上的试样,能够利用荧光屏9或图像显示装置14等进行确认的同时进行配置。

[0060] 图1是图15所示的试样支架1,是用透射型电子显微镜观察试样时的概略俯视图(a)及侧视图(b)。

[0061] 在试样支架1的前端部,设有支架前端开口部9。并且,在试样支架1的中央,设有导向销2、导向罩3以及导向销孔4。导向销2能够根据透射型电子显微镜101的框体的大小来进行改变。例如,在加速电压为200kV时,保持现状的导向销位置,在加速电压为300kV时,导向销孔4也能变更为导向销2。并且,当变更导向销2的位置时,使导向罩3也同时滑动从而使导向销2的固定变得牢固。

[0062] 在试样支架1的后端部,具有按钮5、旋转机构6、粗调机构7以及连接器8。通过按压按钮5而使旋转机构6的固定被解除,从旋转机构6到后端部进行旋转,并且试样支架的前端部进行旋转。试样支架1为两层结构,粗调机构7与试样支架的前端部连接,随着旋转机构6的旋转,粗调机构7以及与粗调机构7连接的试样支架的前端部进行旋转。利用本旋转机构,能够使由透射型电子显微镜观察时和由聚焦离子束装置制作透射型电子显微镜用试样时的试样的配置发生旋转。

[0063] 粗调机构7配合在试样支架1的末端部,并且能够沿试样支架1的长轴方向移动。在本发明中使用了测微头,但根据粗调机构7的试样放置台的移动方法不限于此。

[0064] 微调机构119配置在试样支架1的内部,连接器8用于连接用于使微调机构119进行动作的电缆与试样微调控制装置120。在本发明中,在微调机构119的动作中选择了有线形式的连接方法,但也可以利用无线形式来使微调机构119进行动作。并且,优选连接器8相对于电子射线103的入射方向配置在下部侧。另外,随着旋转机构6的旋转,配置在粗调机构7与试样支架的前端部之间的微调机构119也进行旋转。

[0065] 图3是图15所示的试样支架1,是用聚焦离子束装置加工透射型电子显微镜用的试样时的概略俯视图(a)及侧视图(b)。

[0066] 在图3中,当用聚焦离子束装置加工透射型电子显微镜用的试样时,与图1的用透射型电子显微镜101进行观察时的前端部相比,支架前端开口部9配置在正交的位置上。在本发明中,假设了电子射线的入射方向与离子束的入射方向正交的情况,但试样支架1的前端部的旋转不限于此。

[0067] 图4是对本发明的实施例的试样支架的前端部进行了放大的概略俯视图(a)及沿

着(a)所示的A—A'线的概略剖视图(b)。

[0068] 在图4中,如上所述在试样支架1的前端部设有支架前端开口部9。并且,试样放置台18是用于设置试样台13的放置台,并配置在试样支架1内。试样台13经由试样台压板11并利用压紧螺钉12而固定在试样放置台18上。

[0069] 另一方面,试样台14固定在驱动用试样放置台15上。固定方法为如上所述,经由试样台压板17并利用压紧螺钉16而固定在驱动用试样放置台15上。另外,各个试样台对试样放置台的固定方法不限于此,例如也能考虑利用压紧弹簧的固定或粘接带固定。

[0070] 另外,驱动用试样放置台15配置在试样台驱动用杆21的前端部侧,因此能够利用粗调机构7和微调机构119使试样台14沿X、Y、Z这三轴方向独立地移动。在本实施例中,粗调机构7仅在试样支架1的长轴方向上移动,而微调机构119能够沿三轴方向移动。另外,在试样支架1内配置两个试样台,并且对其中的一个试样台的移动方法进行了说明,但配置在试样支架1上的试样台以及进行移动的试样台即使是两个以上也没有特别问题。

[0071] 而且,在试样放置台18及驱动用试样放置台15中,设有高度调整螺钉19、20。在设置于试样放置台18及驱动用试样放置台15上的试样台13、14的高度不在微调机构119的动作范围内的情况下,能够利用高度调整螺钉19、20独立地调整试样台13、14的高度。利用该高度调整螺钉19、20,粗调机构7能够仅在长轴方向上进行驱动,并且使微调机构119进行三轴方向的驱动就足以。若使粗调机构7自身进行三轴方向的驱动,则驱动机构自身变大,在侧面进入方式的投射电子显微镜中,容易受到振动的影响。并且,用粗调机构7自身很难进行三轴方向的调整,因此如本实施例那样,仅在试样支架1的长轴方向上进行驱动,并且微调机构119能够沿三轴方向移动,这样更容易进行调整。

[0072] 图5是表示在本发明中用于设置试样的试样台的一例的说明图。在试样台13中,设有用于使压紧螺钉12、16通过的压紧螺钉用开口部31,该压紧螺钉12、16在固定于试样放置台18、驱动用试样放置台15上时使用。并且,还设有用于固定在聚焦离子束装置内抽出的试样片的试样固定部位32、33、34。在聚焦离子束装置内抽出的试样片,根据后述的电子能量损失光谱的测定方法固定在哪个部位都没问题。并且,还能够在所有的部位同时固定试样片。

[0073] 图6是表示在本发明中用于设置试样的试样台的其他一例的说明图。与图5的说明同样,设有用于使在固定在试样放置台12、18时使用的压紧螺钉12、16的压紧螺钉用开口部31。并且,在聚焦离子束装置内抽出的试样片固定在试样固定部位32上。

[0074] 如上所述,表示了用于固定试样的试样台的一例,但试样台的形状不限于此,例如在将试样台固定于试样放置台上时不使用压紧螺钉而进行固定的情况下,不需要压紧螺钉用开口部32。在本实施例的试样台中,由于试样安装位置位于试样台的中心附近,因此具有即使改变试样台的朝向,试样位置也不改变的优点。

[0075] 图7是表示使用图5的试样台并利用聚焦离子束装置制作透射型电子显微镜用的观察试样时的一例的说明图。图7(a)是相对于离子束的入射方向从垂直方向投影的图,图7(b)是相对于离子束的入射方向从平行方向投影的图,是在试样支架1上设置了试样台41、42之后,在聚焦离子束装置内将试样片48、49固定在试样固定部位34上时的说明图。

[0076] 试样片48、49向试样台41、42的固定可以从任何一侧进行,在一侧固定试样片之后,能够固定另一方的试样片,因此能够事先高精度地设定两个试样之间的配置。

[0077] 固定在试样台41、42上的试样片48、49,从堆积有碳、钨、铝、铂、金等的保护膜侧入射离子束,并进行薄片化直至达到能够进行透射型电子显微镜的观察和电子能量损失光谱的测定的试样厚度。当对试样片48、49进行薄片化时,利用试样支架1的旋转机构6将设置于试样支架1的前端部上的试样支架先端开口部9配置在离子束的入射方向侧。即,当进行薄片化时所观察到的离子束图像为图7(b),观察到试样台41、42的截面方向。

[0078] 在聚焦离子束装置内,存在利用旋转机构6使试样支架1的前端部进行旋转的程度的足够的空间的情况下,还能够拍摄如图7(a)的配置的离子束图像。

[0079] 图8是表示在本发明中使用图5的试样台并利用具有电子分光器的透射型电子显微镜获取光谱图像时的试样的配置的说明图,在利用旋转机构6使试样支架1的前端部进行旋转而设定成能够用透射型电子显微镜进行观察之后,插入到透射型电子显微镜内。

[0080] 在透射型电子显微镜内也确保了足够的空间时,还能够利用旋转机构6在透射型电子显微镜内进行旋转。

[0081] 表示出试样台41固定在试样放置台18上、且试样台42固定在驱动用试样放置台15上的情况,通过利用粗调机构7和微调机构119使试样台42移动,能够使试样片48、49之间的距离接近。试样片48、49中如上所述由保护膜43、44及测定试样45、46构成。

[0082] 在试样支架1的长轴方向与电子分光器108的能量分散轴正交而投影到荧光屏109的情况下,在使试样片48、49的侧面彼此接近之后,利用视场限制狭缝117限制光谱的获取区域47,能够从测定试样45、46同时获取电子能量损失光谱。

[0083] 图9是表示在本发明中使用图5的试样台并利用具有电子分光器的透射型电子显微镜获取光谱图像时的试样的配置的说明图,表示试样支架1的长轴方向与电子分光器108的能量分散轴平行地投影到荧光屏109时的试样片48、49的配置。

[0084] 与图8同样,在使试样片48、49接近之后,利用视场限制狭缝117限制光谱的测定区域47而能获得电子能量损失光谱。

[0085] 图10是表示在本发明中使用图5的试样台并利用具有电子分光器的透射型电子显微镜获取光谱图像时的试样的配置的其他说明图,表示试样支架1的长轴方向与电子分光器108的能量分散轴平行地投影到荧光屏109时的试样片48、49的配置。

[0086] 在图9的情况下,虽然不拆卸试样台41或试样台42就能够使试样片48、49接近,但是测定试样46测定从保护膜44分离的部位,因此有时试样膜厚度并不非常薄以致于无法测定电子能量损失光谱。

[0087] 在上述的情况下,如图10所示,在利用聚焦离子束装置制作透射型电子显微镜用试样之后,例如仅使试样台42反转而配置成保护膜43、44彼此非常接近,对于测定试样45、46都能够使非常薄至能够测定电子能量损失光谱的部位接近。

[0088] 图11是表示在本发明中使用图5的试样台并利用具有电子分光器的透射型电子显微镜获取光谱图像时的试样的配置的其他说明图,表示试样支架1的长轴方向与电子分光器108的能量分散轴平行地投影到荧光屏109时的试样片48、49的配置。

[0089] 如上所述,在图9、图10中,将试样片48、49的侧面固定在试样台41、42上,而在想要使试样片的固定变得牢固的情况下,也可以在试样固定部位33上固定试样片,并在使试样台的一方反转之后,使试样片48、49接近。

[0090] 在使用图5的试样台的情况下,即使在将试样片固定于试样固定部位32上时,当然

也能够同样使两个试样之间接近,而获取电子能量损失光谱。

[0091] 图12是表示在本发明中使用图6的试样台并利用聚焦离子束装置制作透射型电子显微镜用的观察试样时的一例的说明图。图12(a)是相对于离子束的入射方向从垂直方向投影的图,图12(b)是相对于离子束的入射方向从平行方向投影的图,是在试样支架1上设置试样台41、42之后,在聚焦离子束装置内将试样片48、49固定在试样固定部位34上时的说明图。

[0092] 即使在使用了图6的试样台的情况下,试样片48、49向试样台41、42的固定也可以从任何一侧进行,能够在一侧固定试样片之后,固定另一方的试样片,因此能够事先高精度地设定两个试样之间的配置。

[0093] 与图7同样,固定在试样台41、42上的试样片48、49,从堆积有碳、钨、铝、铂、金等的保护膜侧入射离子束,并进行薄片化至达到能够进行透射型电子显微镜的观察和电子能量损失光谱的测定的试样厚度。当对试样片48、49进行薄片化时,利用试样支架1的旋转机构6将设置于试样支架1的前端部上的试样支架先端开口部9配置在离子束的入射方向侧。即,当进行薄片化时所观察到的离子束图像为图12(b),观察到试样台41、42的截面方向。

[0094] 图13是表示在本发明中使用图6的试样台并利用具有电子分光器的透射型电子显微镜获取光谱图像时的试样的配置的说明图,在利用旋转机构6使试样支架1的前端部进行旋转而设定成能够用透射型电子显微镜进行观察之后,插入到透射型电子显微镜内。

[0095] 表示出试样台41固定在试样放置台18上、且试样台42固定在驱动用试样放置台15上的情况,通过利用粗调机构7和微调机构119使试样台42进行驱动,能够使试样片48、49之间的距离接近。试样片48、49中如上所述由保护膜43、44及测定试样45、46构成。

[0096] 在试样支架1的长轴方向与电子分光器108的能量分散轴正交而投影到荧光屏109的情况下,在使试样片48、49的侧面彼此接近之后,利用视场限制狭缝117限制光谱的获取区域47,能够从测定试样45、46同时获取电子能量损失光谱。

[0097] 图14是表示在本发明中使用图6的试样台并利用具有电子分光器的透射型电子显微镜获取光谱图像时的试样的配置的其他说明图,表示在试样支架1的长轴方向与电子分光器108的能量分散轴平行地投影到荧光屏109时的试样片48、49的配置。

[0098] 与图13同样,在使试样片48、49接近之后,利用视场限制狭缝117限制光谱的测定区域47,从而能够获取电子能量损失光谱。

[0099] 接着,表示上述实施方式的具体例。表示使用上述试样支架1同时获取多个试样的光谱图像的具体例。在本具体例中,使用透射型电子显微镜101进行实施,由两个试样同时获取光谱图像,并测定了由光谱图像获得的电子能量损失光谱的化学位移。测定试样设为三氧化二锰(Mn_2O_3)粒子(测定试样A)和氧化锰(MnO)粒子(测定试样B)。测定试样在将各粉末粒子埋入树脂中后,在聚焦离子束装置内分别固定在试样台上。

[0100] 固定有包含测定试样A45的试样片48的试样台41设置在试样支架前端部侧即试样放置台18上,固定有包含测定试样B46的试样片49的试样台42设置在与试样驱动用杆21连接的驱动用试样放置台15上。

[0101] 图16是使用本发明的试样支架1、并在聚焦离子束装置内在设置于驱动用试样放置台15上的试样台42上固定试样片49之后所获取的扫描离子显微镜图像。从试样台的截面方向进行了观察。从图16可知,使用试样支架1,能够在聚焦离子束装置内进行试样片的固

定、薄片化。

[0102] 如上所述,在将试样片固定在试样台上并进行薄片化之后,将试样支架1的前端部设定在透射型电子显微镜的观察用的试样位置上,并且在从聚焦离子束装置拉出之后,插入到透射型电子显微镜而获取了光谱图像。

[0103] 获取光谱图像时的透射型电子显微镜101的加速电压设为200kV,电子射线3的进入角设为6mrad,能量分散设为0.05eV/像素。用于获取光谱图像的图像检测器113是1024像素×1024像素的二维检测器。

[0104] 首先,将透射型电子显微镜101的观察倍率设为200倍,使用粗调机构7使测定试样B46进行移动而使其尽量接近测定试样A45。关于两者的位置,使用荧光屏109上的图像进行确认,并进行移动以使两者的试样尽量配置在荧光屏109的中心部。

[0105] 然后,透射型电子显微镜1中的显示上的观察倍率变更为10000倍,使测定试样B46移动以使测定试样A45和测定试样B46相对于电子分光器8的能量分散轴相互正交之后,利用试样移动控制装置120使测定试样B46进一步接近以能够同时获取测定试样A45和测定试样B46的光谱图像。此时,两者的位置的确认,使用由图像检测器113获得的透射型电子显微镜图像对两者的位置进行了确认。

[0106] 图17是使测定试样A45和测定试样B46接近之后所获取的透射型电子显微镜图像。在图17中,测定试样A45和测定试样B46以大约20nm的间隔接近。并且可知,两个试样位于光谱的获取区域47内,能够从两者的试样同时获取光谱图像。另外,从图17中的透射型电子显微镜图像中各试样很清晰,因此意味着是能够足以观察透射型电子显微镜图像的试样漂移。

[0107] 然后,将观察倍率设为50000倍,同时获取了测定试样A45和测定试样B46的光谱图像。光谱图像是在锰的L壳吸收端区域获取的,在从锰的L壳吸收端区域获得的光谱图像中,从各试样抽出了电子能量损失光谱。

[0108] 图18是从两个试样获取的电子能量损失光谱。对两者的试样之间的化学位移进行了测量,其结果可知,与氧化锰相比,三氧化二锰更向大约1.6eV高损失能量侧位移。

[0109] 以往,在利用聚焦离子束装置的透射型电子显微镜用试样加工中,需要将用其他试样支架制作的试样重新安装在至少一个试样台能够移动的试样支架上,从试样制作直至进行透射型电子显微镜观察、电子能量损失光谱的侧面的作业效率较差。

[0110] 但是,根据本技术,从透射型电子显微镜用的试样制作直到进行观察利用一个试样支架即可。如此根据本发明,在制作多个试样的透射型电子显微镜用试样时,能够以高空间分辨率同时获取电子能量损失光谱,因此到此为止测定较复杂的试样制作变得简单,因此能够扩大对试样的化学位移的测定范围。

[0111] 在本实施例中,对将本试样支架应用于测定电子能量损失光谱的内容进行了说明,但本发明不限于上述的实施方式,例如能够应用于电子衍射、测定长度、以及具有球面像差修正功能的(扫描)透射型电子显微镜的像差修正等。

[0112] 在本实施例中,对于试样支架1的应用,只记载了电子能量损失光谱的测定,但也能够应用为用于准确测定标准试样和测定试样的信息的单元。

[0113] 另外,如果在试样支架1的前端部安装O形圈或前端部罩,则不暴露在大气中而能够从聚焦离子束装置移动到透射型电子显微镜。

[0114] 而且,在驱动用试样放置台上不设置试样台,而是设置将前端尖锐的钨丝等,使其与设置在试样放置台上的试样接触,从而还能够进行电压施加测定。并且,通过调整钨丝的压入方式,还能够测定试样的力学特性。关于试样台、钨丝的配置不限于此。

[0115] 另外,在对聚焦离子束装置和透射型电子显微镜或扫描型电子显微镜进行了组合的装置的情况下,从设有多个试样台的试样支架1的支架前端开口部9入射离子束而对固定在多个试样台上的试样进行薄片化的同时,能够获得投射图像和元素分析结果。

[0116] 以上,基于实施方式具体说明了由本发明人做出的发明,但本发明并不局限于上述实施方式,在不脱离其主旨的范围内当然能够进行各种变更。

[0117] 附图标记说明

[0118]	1	试样支架
[0119]	2	导向销
[0120]	3	导向罩
[0121]	4	导向销孔
[0122]	5	按钮
[0123]	6	旋转机构
[0124]	7	粗调机构
[0125]	8	连接器
[0126]	9	支架前端开口部
[0127]	11、17	试样台压板
[0128]	12、16	压紧螺钉
[0129]	13、14,41,42	试样台
[0130]	15	驱动用试样放置台
[0131]	18	试样放置台
[0132]	19、20	高度调整螺钉
[0133]	21	试样台驱动用杆
[0134]	31	压紧螺钉用开口部
[0135]	32、33、34	试样固定部位
[0136]	43、44	保护膜
[0137]	45、46	测定试样
[0138]	47	光谱的获取区域
[0139]	48、49	试样片
[0140]	101	透射型电子显微镜
[0141]	102	电子源
[0142]	103	电子射线
[0143]	104	聚焦透镜
[0144]	106	物镜
[0145]	107	成像透镜系统
[0146]	108	电子分光器
[0147]	109	荧光屏

[0148]	110	磁场区段
[0149]	111、112	多极透镜
[0150]	113	图像检测器
[0151]	114	图像显示装置
[0152]	115	数据存储装置
[0153]	116	中央控制装置
[0154]	117	视场限制狭缝
[0155]	118	试样支架移动装置
[0156]	119	微调机构
[0157]	120	试样微调控制装置

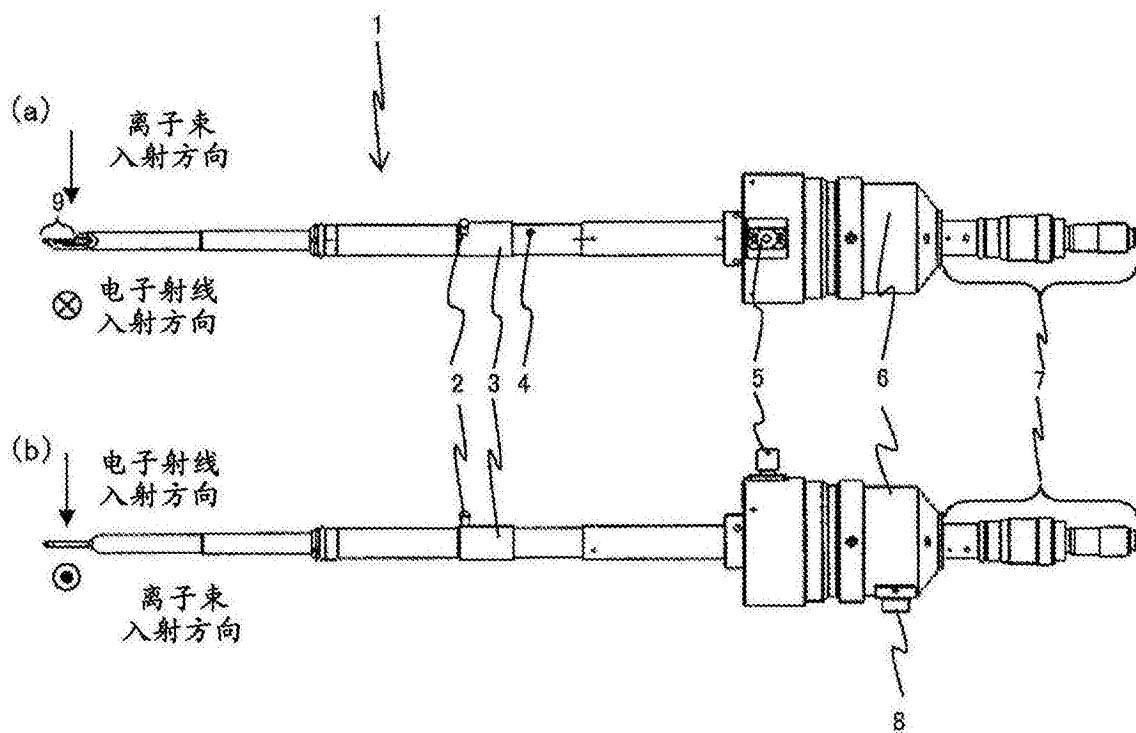


图1

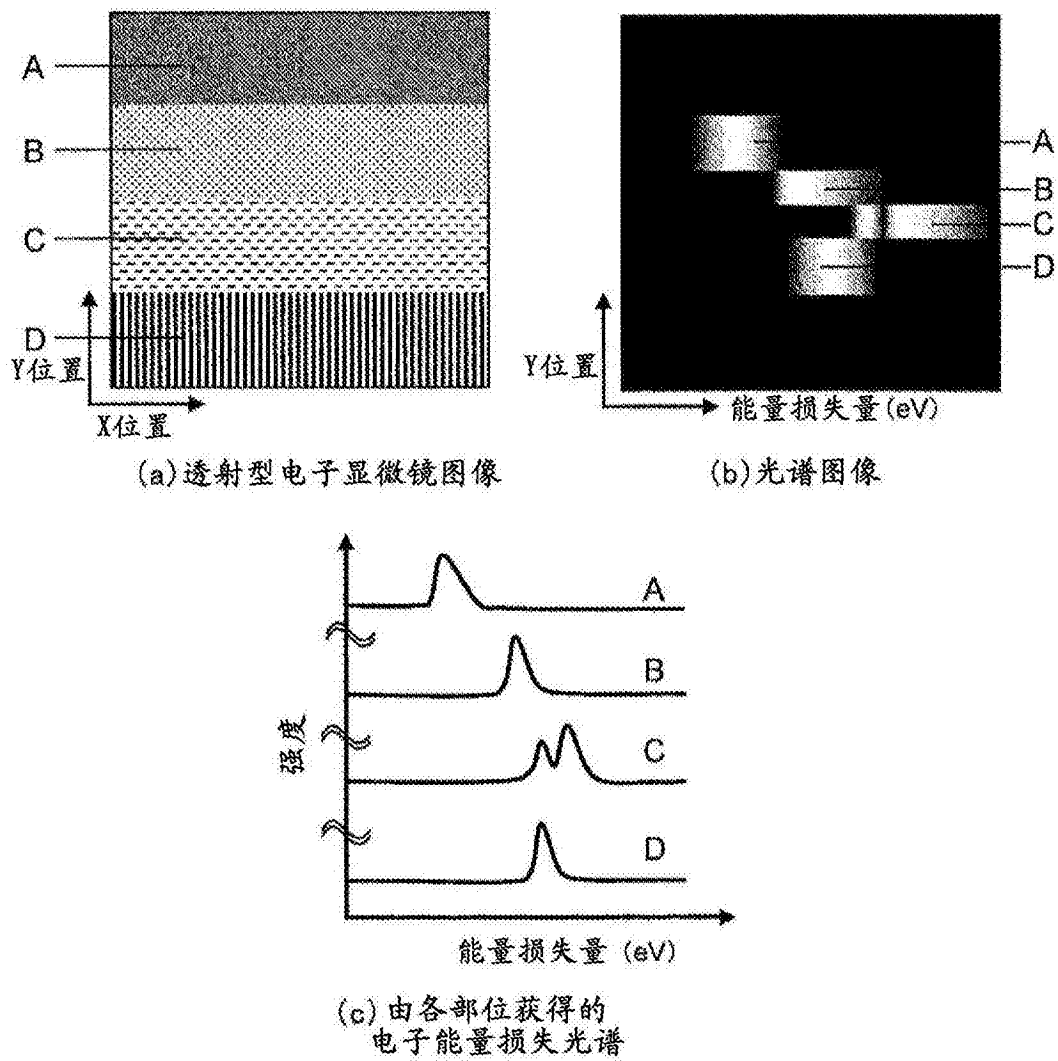


图2

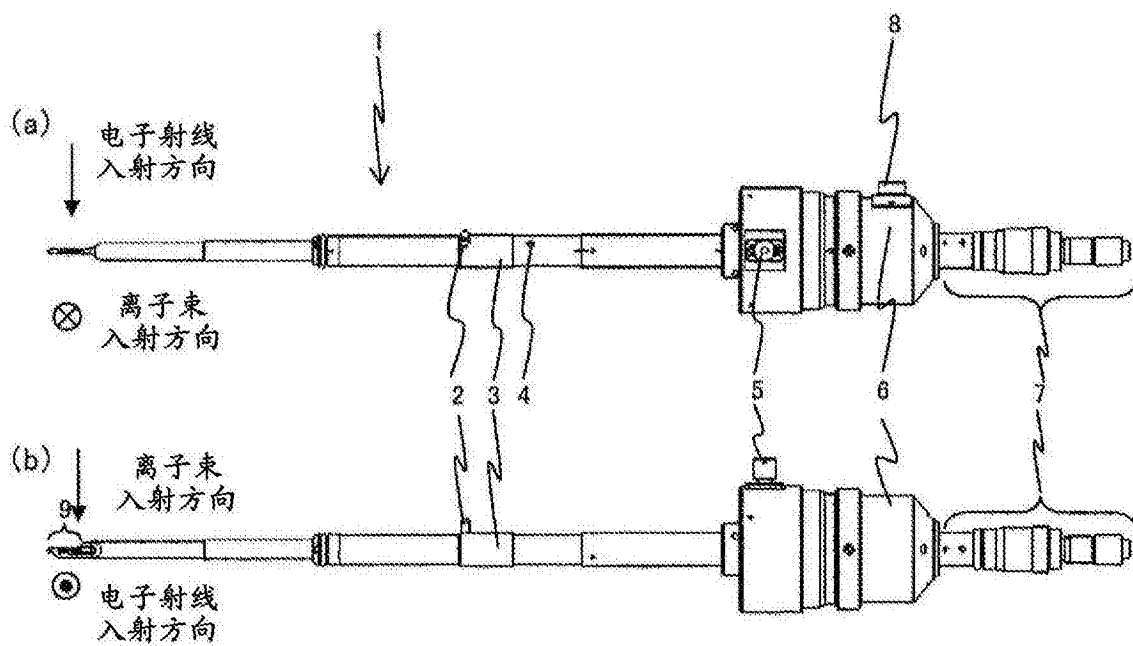


图3

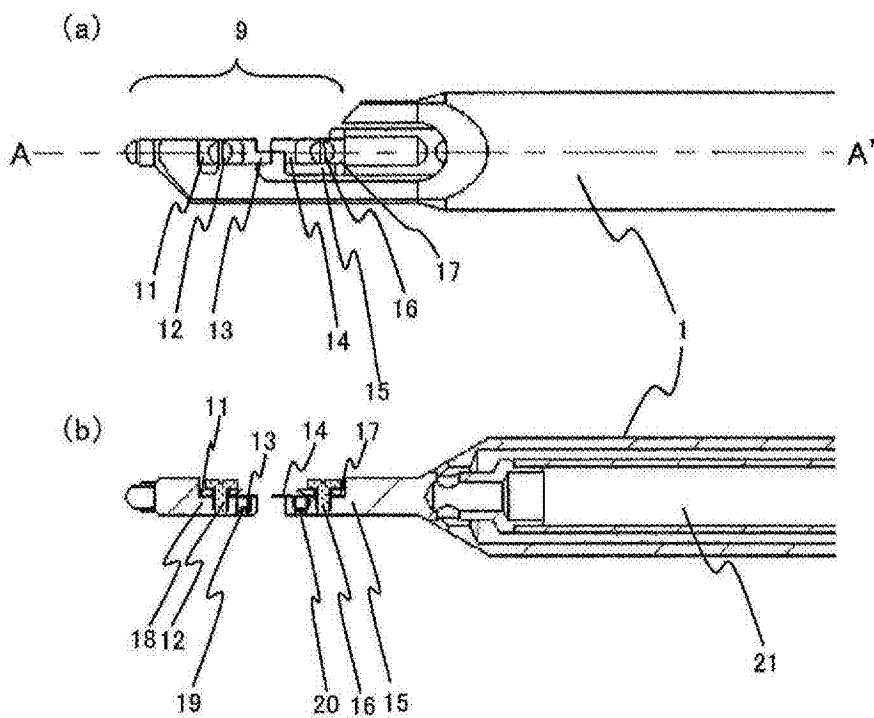


图4

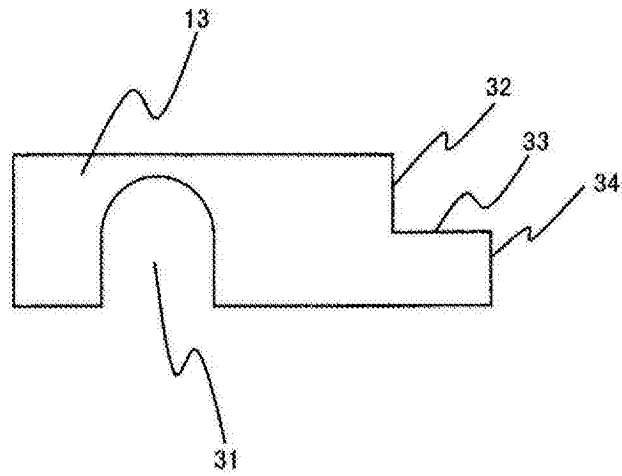


图5

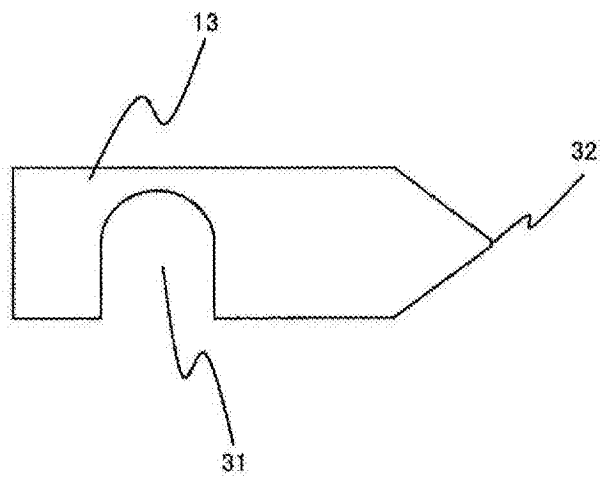


图6

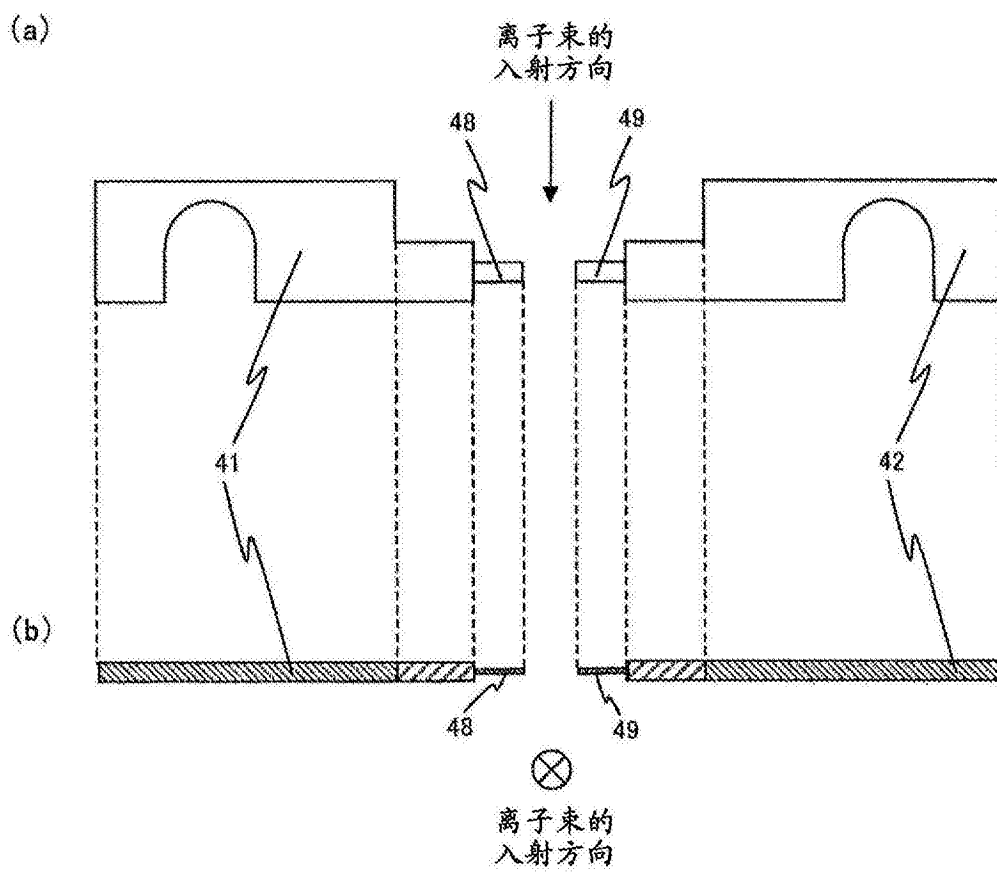


图7

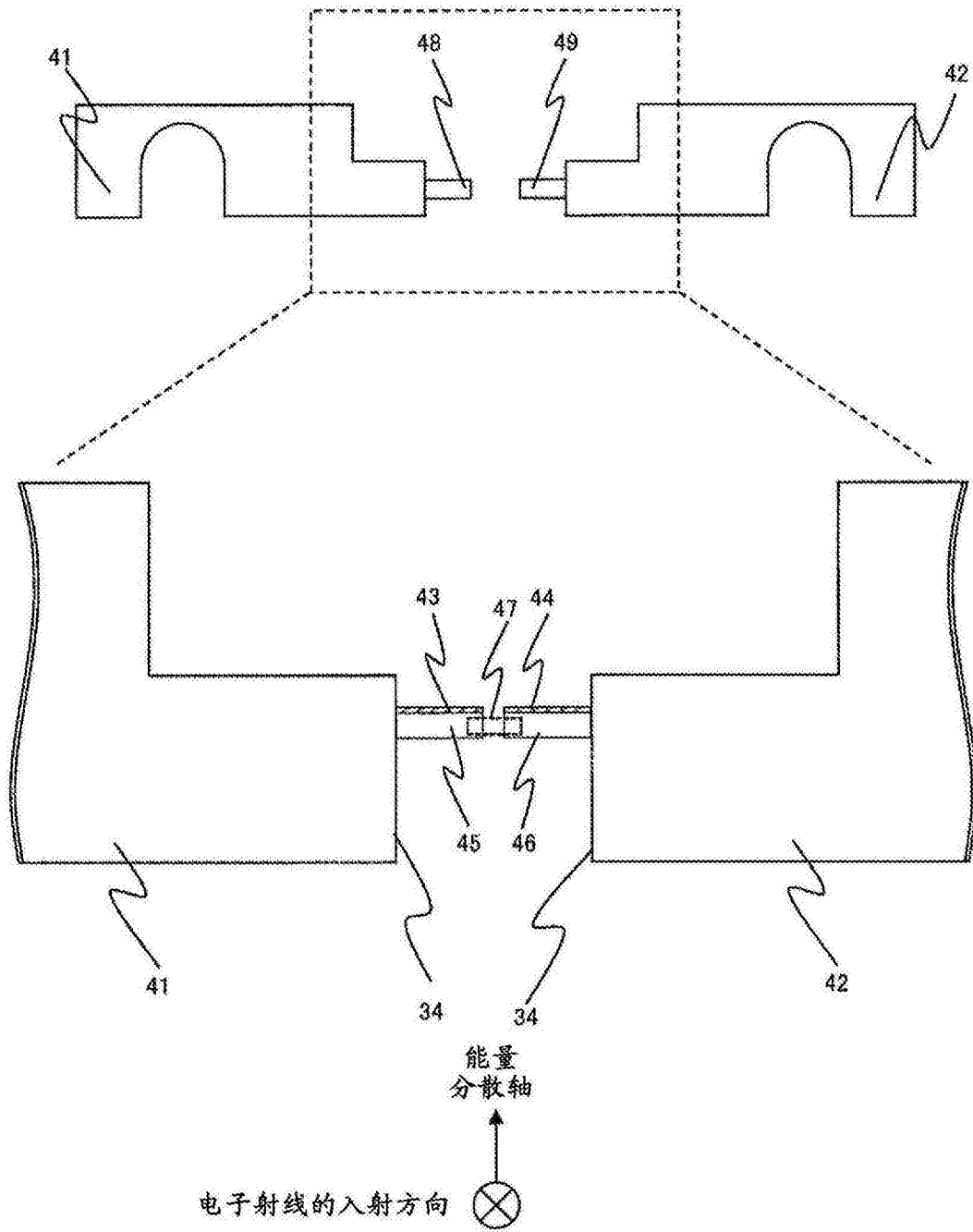


图8

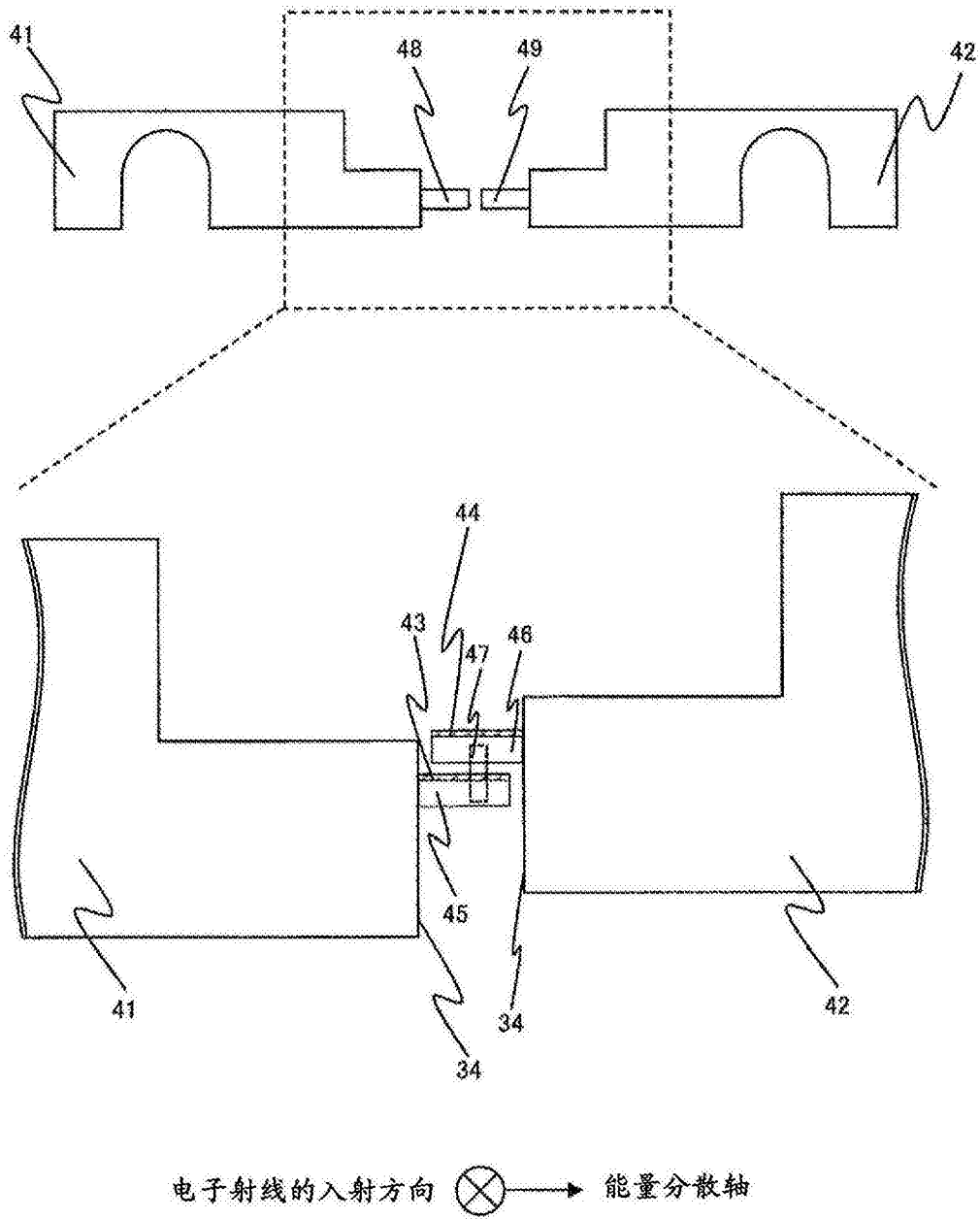
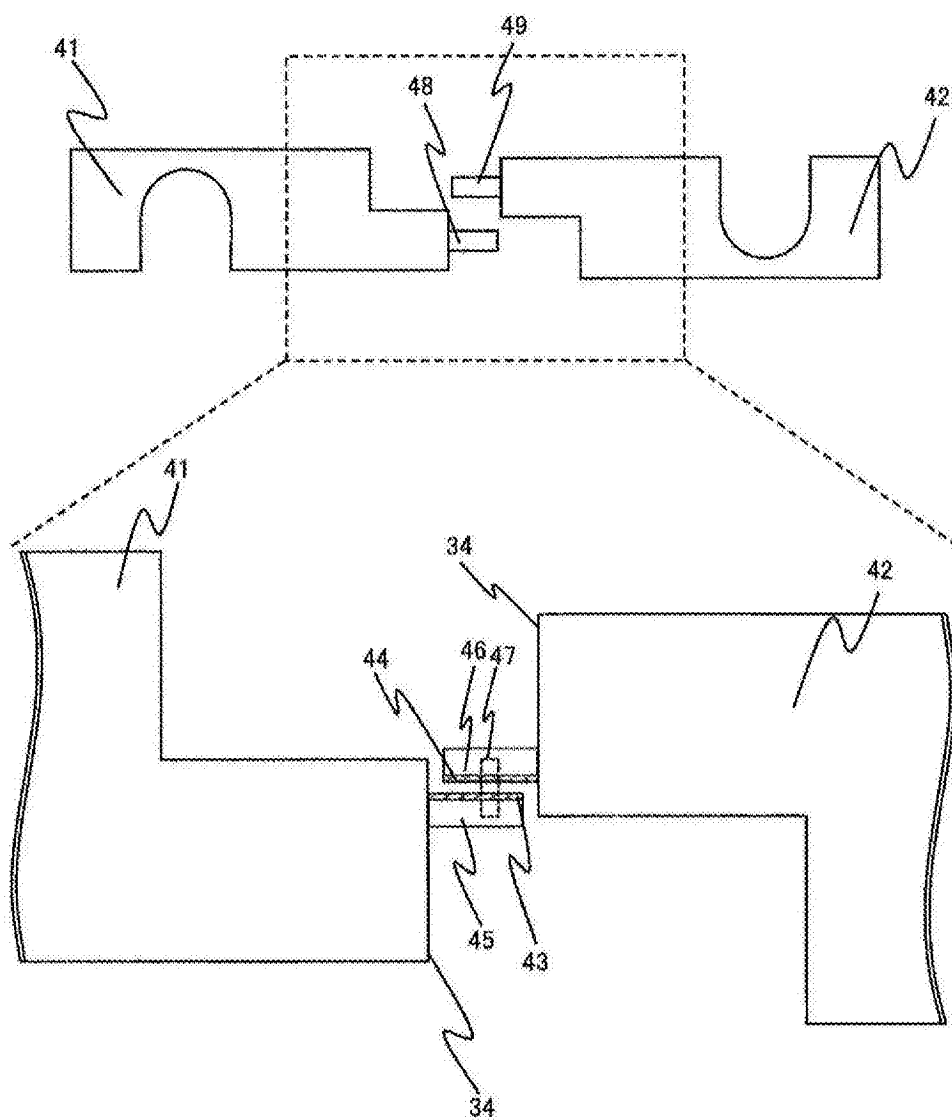
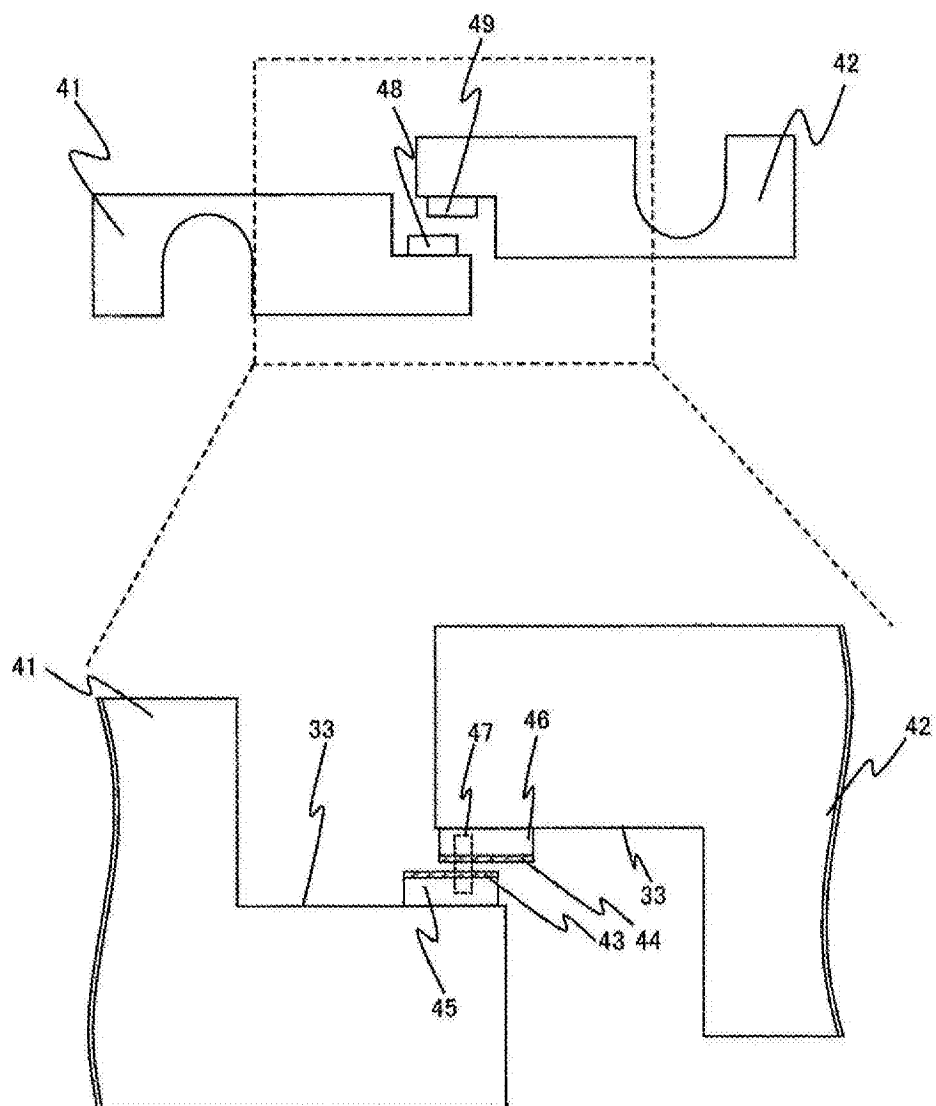


图9



电子射线的入射方向 $\otimes \rightarrow$ 能量分散轴

图10



电子射线的入射方向 $\otimes$ → 能量分散轴

图11

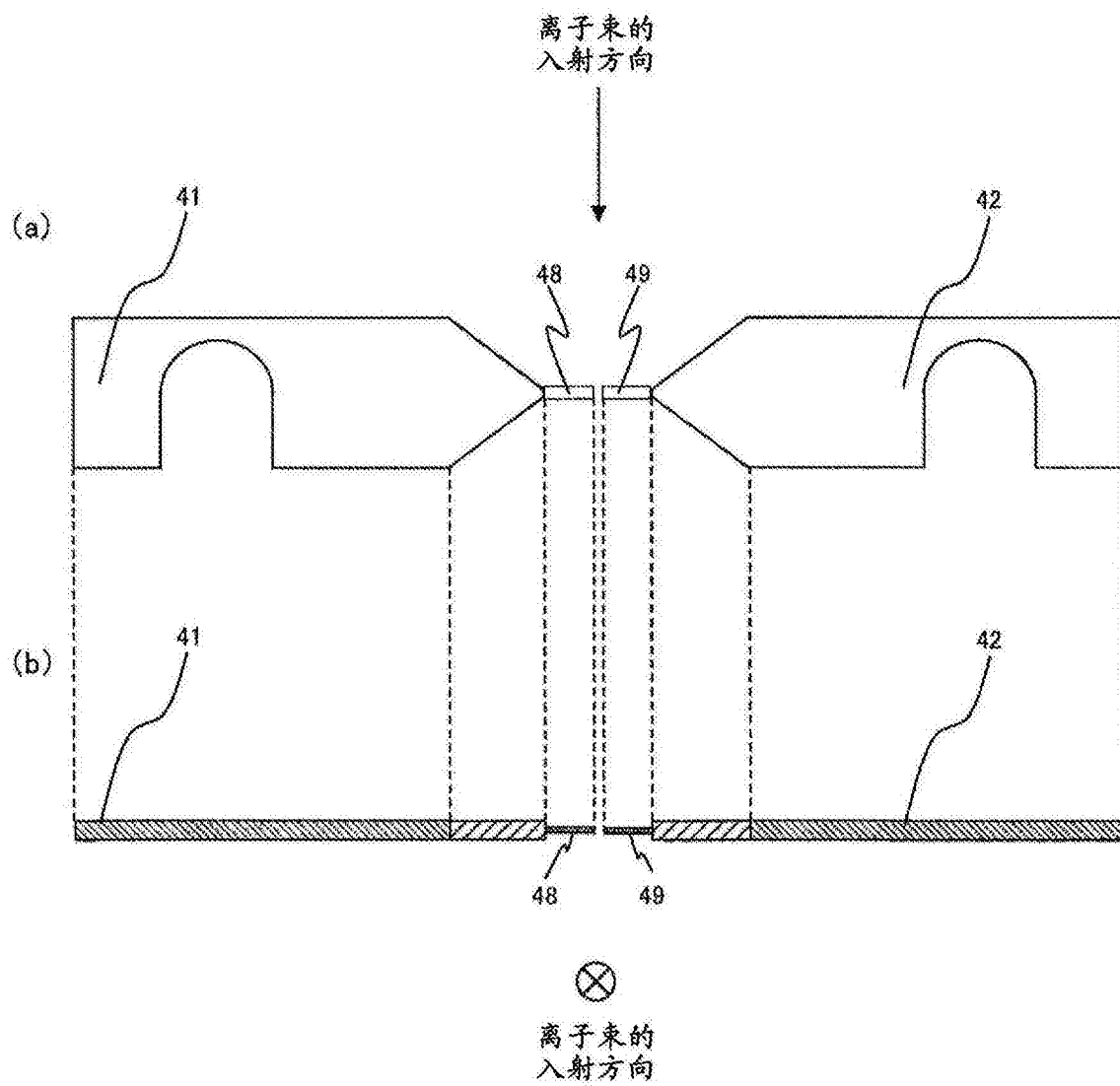


图12

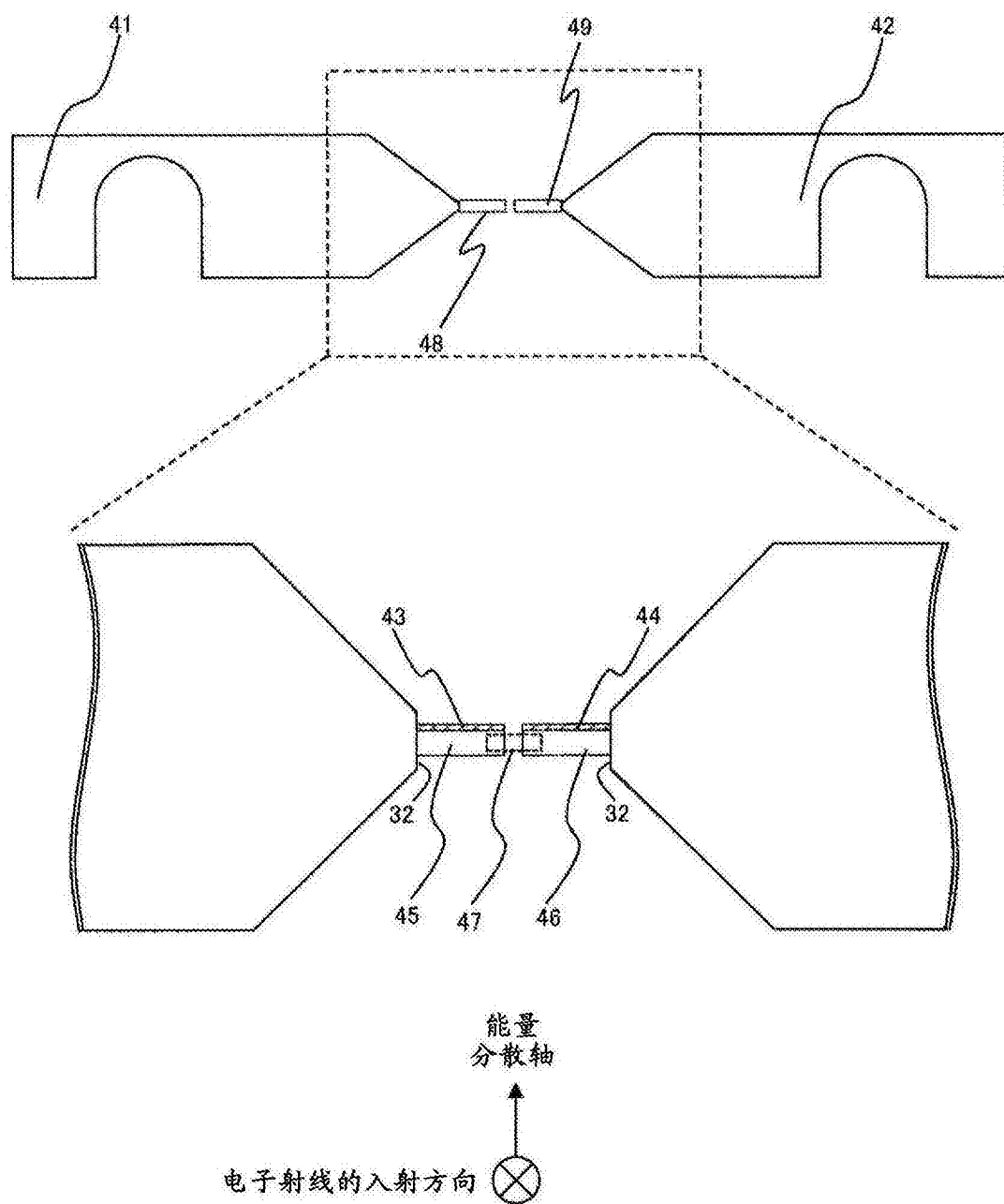
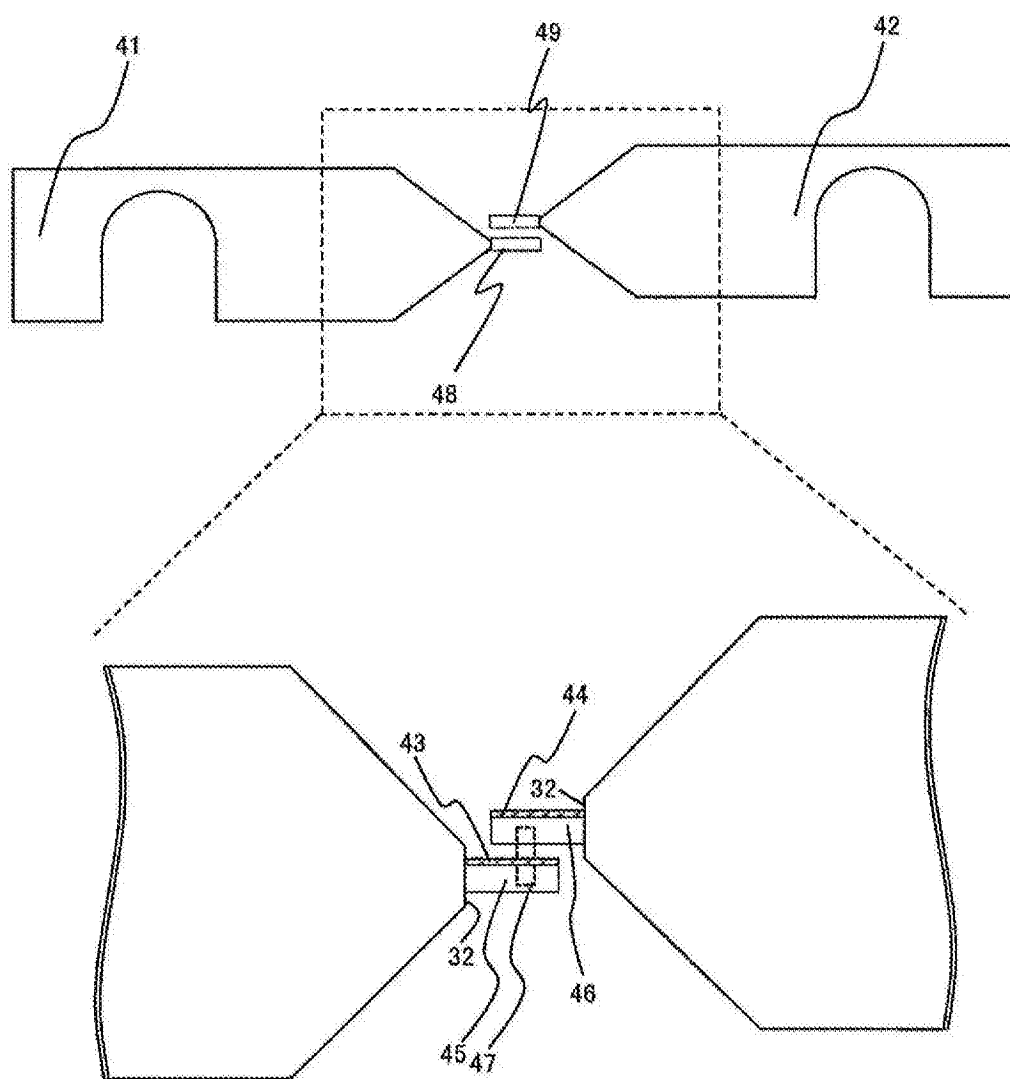


图13



电子射线的入射方向 $\otimes$ → 能量分散轴

图14

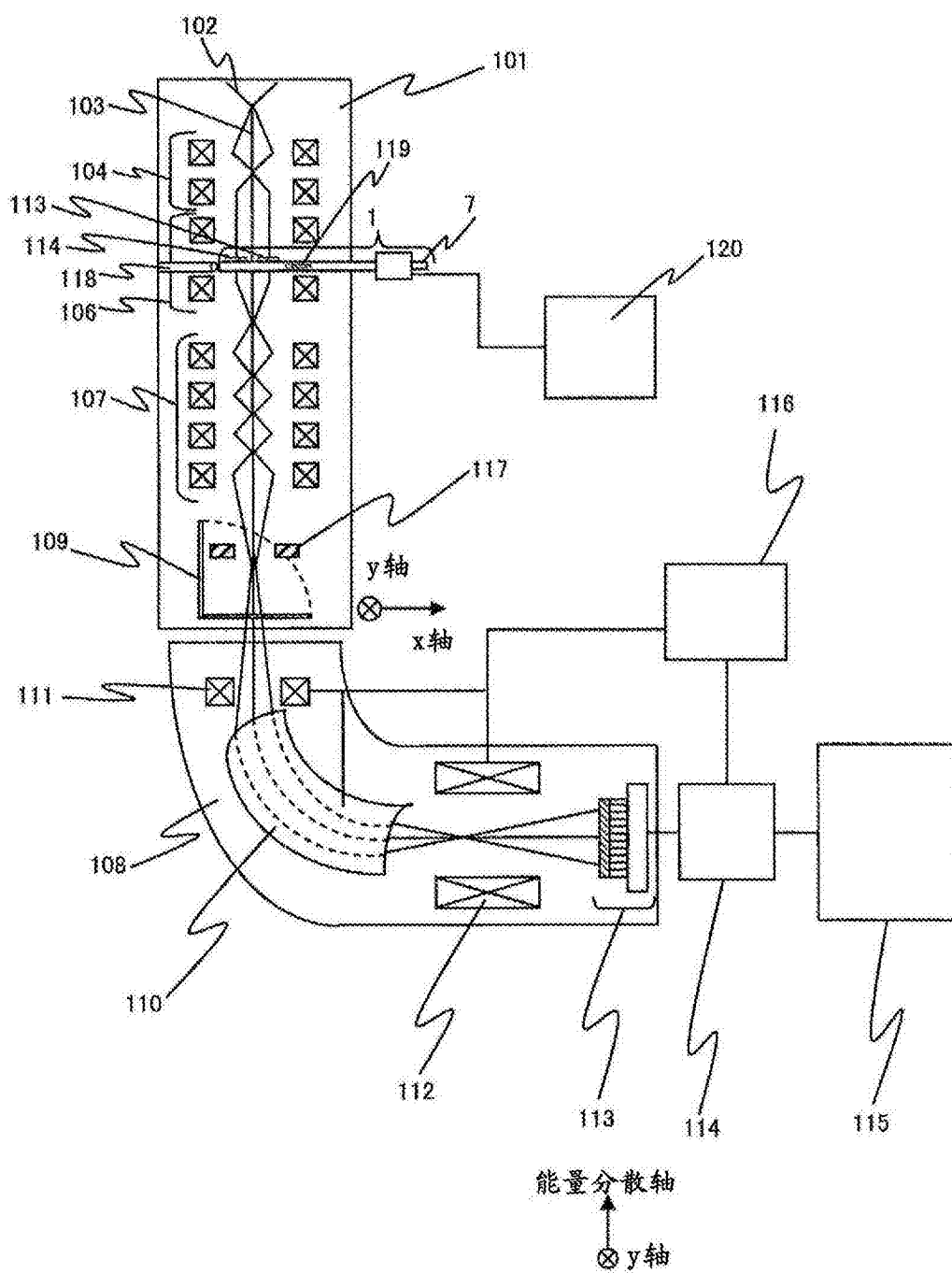


图15

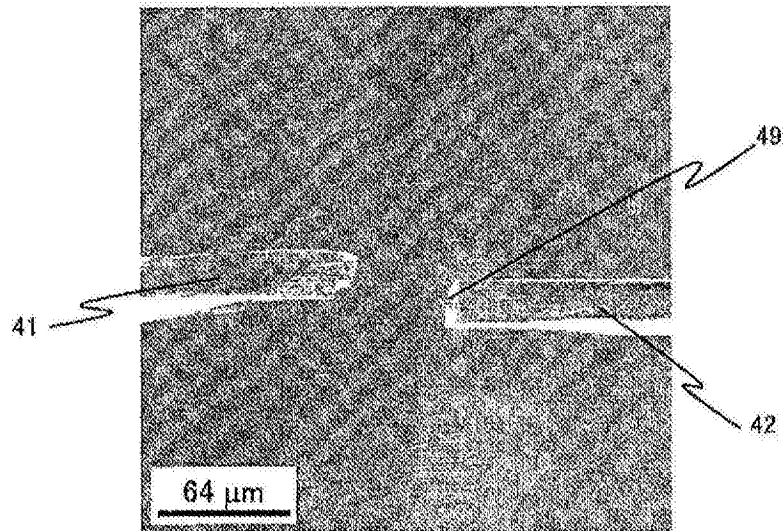
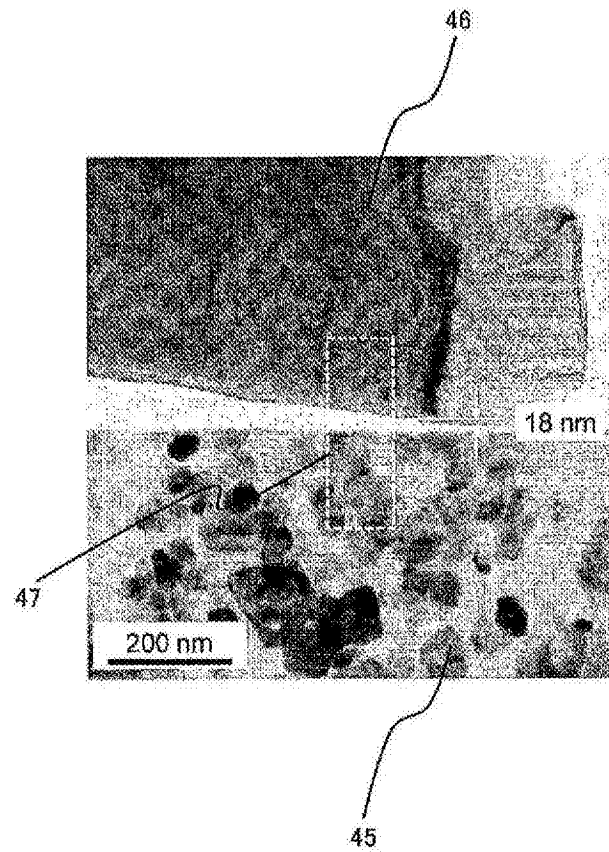


图16



电子射线的入射方向 $\otimes$ → 能量分散轴

图17

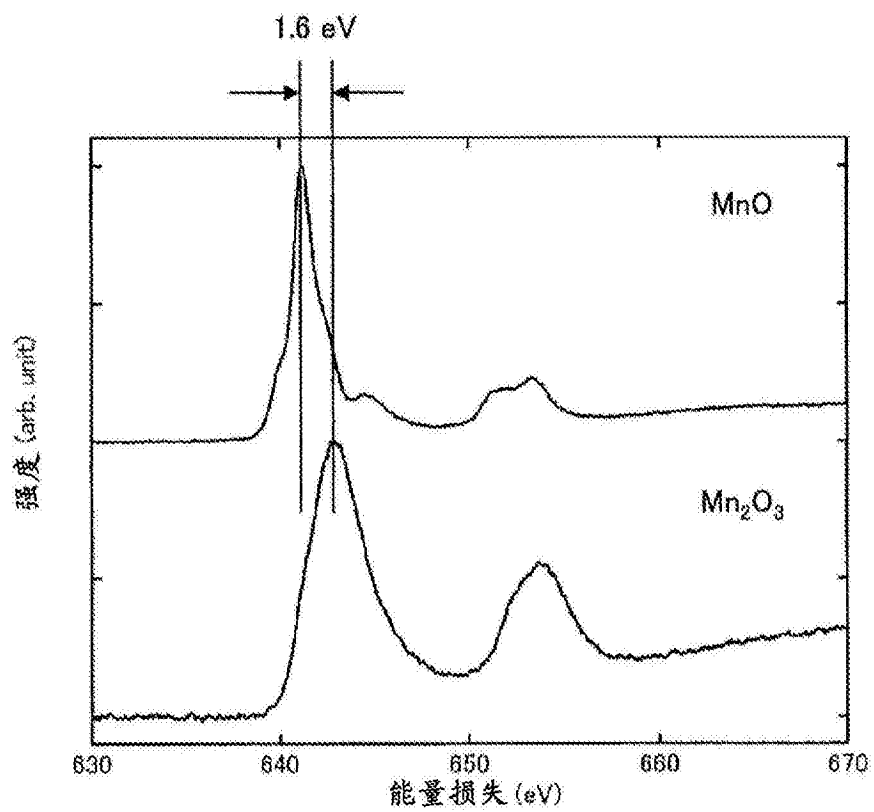


图18