

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6563144号
(P6563144)

(45) 発行日 令和1年8月21日(2019.8.21)

(24) 登録日 令和1年8月2日(2019.8.2)

(51) Int.Cl.

F I

HO 1 J 37/09 (2006.01)

HO 1 J 37/09 A

HO 1 J 37/317 (2006.01)

HO 1 J 37/317 D

GO 1 N 23/04 (2018.01)

GO 1 N 23/04 330

GO 1 N 23/2251 (2018.01)

GO 1 N 23/2251

HO 1 J 37/05 (2006.01)

HO 1 J 37/05

請求項の数 12 (全 17 頁)

(21) 出願番号 特願2018-552749 (P2018-552749)
 (86) (22) 出願日 平成28年5月26日 (2016.5.26)
 (65) 公表番号 特表2019-519063 (P2019-519063A)
 (43) 公表日 令和1年7月4日 (2019.7.4)
 (86) 国際出願番号 PCT/KR2016/005545
 (87) 国際公開番号 W02017/204380
 (87) 国際公開日 平成29年11月30日 (2017.11.30)
 審査請求日 平成30年10月5日 (2018.10.5)
 (31) 優先権主張番号 10-2016-0064041
 (32) 優先日 平成28年5月25日 (2016.5.25)
 (33) 優先権主張国・地域又は機関
 韓国 (KR)

(73) 特許権者 515111060
 韓国標準科学研究院
 KOREA RESEARCH INSTI
 TUTE OF STANDARDS A
 ND SCIENCE
 大韓民国 34113 大田市儒城区柯亭
 路267
 267 Gajeong-ro, Yuse
 ong-gu, Daejeon 3411
 3, Republic of Korea
 (74) 代理人 100121728
 弁理士 井関 勝守
 (74) 代理人 100165803
 弁理士 金子 修平

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】モノクロメータの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

モノクロメータの製造方法であって、前記製造方法は、

電子線装置でエネルギー範囲を制限する長方形開口部がある複数の電極を備えた第1電極部を用意するステップと、

複数の長方形エネルギー選択スリット、複数の円形スリットおよび複数のダミー(dummy)スリットが形成され、電子線が通過可能なスリット加工面を備えた絞り部(Aperture)を用意するステップと、

スリットの位置を電子線の位置に応じて移動切り換えるために絞りの位置を移動調節する移動調節部を用いて、前記絞り部を前記電極部に組み立てるステップとを含み、

前記絞り部を用意するステップは、

前記スリット加工面に薄膜層を用意するステップと、

前記薄膜層をFIB(Focused Ion Beam)で加工して、複数の長方形エネルギー選択スリット、および複数の円形スリットを形成するステップと、

走査電子顕微鏡(SEM)または走査型透過電子顕微鏡(STEM)でスリットを検査するステップとを含む、モノクロメータの製造方法。

【請求項2】

モノクロメータの製造方法であって、

電子線の入射方向(z)と垂直な平面(xy)をなす複数の電極で構成されるが、前記複数の電極は、前記入射方向(z)と平行に形成された長方形開口部を備え、前記電極に

電圧が印加されると、前記長方形開口部が形成した電場の静電レンズの作用により、前記入射方向の中心軸 ($x_0 y_0$) に沿って入射する電子線が、前記長方形開口部の短辺方向 (x) にエネルギー分布によって互いに異なる位置に偏向して、前記入射方向と平行に進行するようにする第1電極部を用意するステップと、

前記偏向して進行する電子線のうち、予め定めたエネルギー範囲 (E 、 $E + \Delta E$) に属する粒子を、予め定めた偏向位置 ($x + S_x$) で選択的に通過させるように、前記偏向する方向 (x) が短辺 (S_x) に形成された複数の長方形エネルギー選択スリット、複数の円形スリットおよび複数のダミースリットを具備する絞り部を用意するステップと、

偏向して進行する電子線の分布と前記複数のスリットうちの任意の一つのスリットの中心を一致させるとともに、スリットを切り換えるために位置を移動調節する移動調節部を用意するステップとを含み、

10

前記絞り部を用意するステップは、中心層の上面および下面に金属薄膜を形成した薄膜層を、複数のスリットを加工するものであり、前記中心層の材質は窒化ケイ素 (Si_3N_4)、炭素 (C)、白金イリジウム (PtIr) またはモリブデン (Mo) でかつ厚さが $20\text{ nm} \sim 500\text{ }\mu\text{m}$ 、前記金属薄膜の材質は白金 (Pt) または金 (Au) でかつ厚さは $10\text{ nm} \sim 200\text{ nm}$ の薄膜層を、スパッタリングで蒸着して用意するステップと、

前記蒸着された金属薄膜の厚さを原子力顕微鏡 (AFM) で測定するステップと、

前記薄膜層をFIBで加工して、直径が $10\text{ nm} \sim 500\text{ }\mu\text{m}$ の円形スリット、および短辺の長さは $50\text{ nm} \sim 100\text{ }\mu\text{m}$ でかつ長辺の長さは $100\text{ nm} \sim 1,000\text{ }\mu\text{m}$ の長方形スリットを形成するステップと、

20

走査型電子顕微鏡 (SEM) または走査型透過電子顕微鏡 (STEM) で前記形成されたスリットの形状を観察し、寸法を測定する検査ステップとを含む、モノクロメータの製造方法。

【請求項3】

前記FIBで加工するステップは、

前記薄膜層を支持するホルダをFIBに装着し、前記薄膜層をエッチングしてスリットを形成する、請求項1または2に記載のモノクロメータの製造方法。

【請求項4】

前記FIBで加工するステップは、

前記薄膜層を支持するホルダをFIBに装着するが、前記第1電極部の前記長方形開口部の長辺方向と前記長方形スリットの長辺方向との互いにずれる角度範囲が1度以内となるよう精密にエッチングする、請求項1または2に記載のモノクロメータの製造方法。

30

【請求項5】

前記複数のダミースリットは、

前記円形スリットまたは前記長方形スリットをFIBで加工するステップにおいて、FIB加工条件の選択とFIBビームの焦点および非点補正調整時に生成される、請求項1または2に記載のモノクロメータの製造方法。

【請求項6】

前記走査電子顕微鏡 (SEM) または走査型透過電子顕微鏡 (STEM) でスリットを検査するステップは、

40

前記薄膜層を支持するホルダを前記SEMまたはSTEMに搬送して検査する、請求項1または2に記載のモノクロメータの製造方法。

【請求項7】

前記検査は、

前記第1電極部の前記長方形開口部の長辺方向と前記長方形スリットの長辺方向との互いにずれる角度範囲が1度以内の時に合格基準とする、請求項6に記載のモノクロメータの製造方法。

【請求項8】

前記検査は、

前記加工された長方形スリットの断面に付着した微粒子の大きさが 5 nm 以上の時に不

50

合格基準とする、請求項6に記載のモノクロメータの製造方法。

【請求項9】

前記検査は、

前記加工された長方形スリットの長辺と短辺の長さの誤差がそれぞれ設計値に比べて1/10以下の時に合格基準とする、請求項6に記載のモノクロメータの製造方法。

【請求項10】

前記検査は、

前記走査型透過電子顕微鏡 (STEM) の顕微鏡画像 (image) を用い、前記走査型透過電子顕微鏡 (STEM) の電子線のエネルギーが前記モノクロメータを備えた電子線装置でモノクロメータを通過した電子線のエネルギーに等しいか大きい時、前記加工されたスリット以外の部分で電子が透過しない場合に合格基準とする、請求項6に記載のモノクロメータの製造方法。

10

【請求項11】

前記検査は、

前記走査電子顕微鏡 (SEM) の顕微鏡画像により前記薄膜層表面に帯電した部分がない時に合格基準とする、請求項6に記載のモノクロメータの製造方法。

【請求項12】

前記加工するステップおよび前記検査するステップは、

FIB加工のための試料室が走査電子顕微鏡 (SEM) または走査型透過電子顕微鏡 (STEM) の試料室と同一の真空装置内に設けられた複合装置で実施する、請求項1または2に記載のモノクロメータの製造方法。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、電子線装置に備えられるエネルギー選択のためのスリットが形成された絞り部を備えたモノクロメータの製造方法に関し、より詳細には、電極部を通過しながらエネルギー分布によって分散して進行する電子線を選択できるように精密加工されたエネルギー選択スリットを備えたモノクロメータの製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

運動する電子は静電場または磁場により経路を変更可能なため、複数の電子と一緒に運動する電子線の進行方向を調整したり、電子線を集束または分散する機能をする電子経路調整装置を、光の経路を調整する光学系になぞらえて電子光学系という。

30

【0003】

電子線は陰極(cathode)から得られ、概ね、タングステン (W) 表面に酸化ジルコニア (ZrO) で被覆したショットキー型(Schottky)電子源または冷陰極電界放出電子源(Cold fieldemission electron source)から得られる。このような電子線では、ビームをなす電子が平均的に有する一定のエネルギー範囲を外れる電子が存在し、一定のエネルギー範囲を前提として調節された電子光学系において、このような電子の経路は設定された経路範囲を外れることとなり、ビーム径を増加させる原因になる。

40

【0004】

電子線から中心エネルギー範囲の粒子を選択し、その範囲を外れるエネルギーを有する粒子を除去する単色化装置であるモノクロメータ(Monochromator)は、電場と磁場を共に用いるウィーンフィルタ(Wien filter)型モノクロメータ、電子線をシリンドリカル型レンズ(Cylindrical Lens)の形成する静電場内部で円運動させる静電場モノクロメータおよび進行する電子線が非対称静電場に入射して経路が移動するメーレンシュテットエネルギー分析器(Moellenstedt Energy Analyzer)型モノクロメータなどがある。

【0005】

ここで、シリンドリカルレンズは、中心に長方形の開口部を有する複数の電極で構成され、中心電極に電子を減速する高電圧が印加され、前後両側の2つの電極は同一の電圧と

50

する電子レンズで、複数の電極の間には絶縁材が備えられる。高電圧が印加された中心電極近傍で電子のエネルギーがほぼ0まで減少し、レンズの光軸外部を通過する成分が選択され、レンズ軸の色収差によって発生するエネルギー分散を利用して荷電粒子のエネルギーを分析する方式である。電子源から中心軸を外れた成分をエネルギー絞り(aperture)で濾過し、静電レンズの中心軸外を通過させてエネルギーを分光して、中心エネルギー部だけを選択するモノクロメータで、走査電子顕微鏡(SEM)のような電子ビーム装置に用いられる。このようなモノクロメータは、電子線の色収差の影響を減少させて顕微鏡画像の像分解能を向上させる。

【0006】

特許文献1は、モノクロメータおよびこれを備えた電子ビーム装置に関し、それぞれ複数の電極を含む2つの静電レンズとその間に備えられたエネルギー絞り(aperture)とで構成された単色化装置に関する技術を開示している。しかし、前記公開特許は、一般の光学系を用いるには絞りを取り替えなければならない問題があり、エネルギー分解能を高めるには狭い幅のスリットを用いなければならないが、この場合、電子ビームの通過による汚染でビーム電流が減少し、不安定になる問題がある。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

【特許文献1】大韓民国公開特許2015-0146079号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

本発明は、上記の従来の問題点を解決するためになされたものであって、スリットが形成された絞り面に円形開口部を共に設けて、絞りの取り替えではない位置移動だけでも一般光学系に切り換えができるように、絞りに同一または異なる大きさのスリットを複数形成するために加工する集束イオンビーム装置(FIB、Focused Ion Beam Instrument)の加工によりスリットを製造する方法を提供する。絞りのスリットは薄膜に形成されるため、スリットをFIBや観察用の走査電子顕微鏡(Scanning Electron Microscopy)などの様々な装置で移動する間に直接接触すると損傷しやすいという問題を解決する。スリットに汚染微粒子(particle)が付着した場合、モノクロメータの使用時にモノクロメータのエネルギー分解能と出射電流が不安定になる問題を解決する。スリットの大きさと誤差に応じてモノクロメータのエネルギー分解能および出射電流の性能にばらつきが生じる問題を解決する。スリット加工時の欠陥によるスリット以外の部分を電子線が透過する時、スリット通過電子線と混同してエネルギー分解能が低下する問題を解決する。中心層薄膜の上下面に形成する金属膜蒸着時に生じる欠陥からスリットに異常な静電気が発生し、モノクロメータの使用時にエネルギー分解能と出射電流が不安定になる問題を解決する。加工と測定を別の装置によりする場合、加工装置のFIBと測定装置のSEMとの間の移動による時間および費用の増加問題を解決する。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明は、モノクロメータの製造方法であって、前記製造方法は、電子線装置でエネルギー範囲を制限する長方形開口部を有する複数の電極を備えた第1電極部を用意するステップと、複数の長方形エネルギー選択スリット、複数の円形スリットおよび複数のダミー(dummy)スリットが形成され、電子線が通過できるスリット加工面を備えた絞り部(Aperture)を用意するステップと、スリットの位置を電子線の位置に応じて移動切り換えのために絞りの位置を移動調節する移動調節部を用いて、前記絞り部を前記電極部に組み立てるステップとを含み、前記絞り部を用意するステップは、前記スリット加工面に薄膜層を用意するステップと、前記薄膜層を集束イオンビーム装置(FIB、Focused Ion Beam)で加工して、複数の長方形エネルギー選択スリット、および複数の円形スリットを形成するステップと、走査電子顕微鏡(SEM)または走査型透過電子顕微鏡(STEM)でスリ

10

20

30

40

50

ットを検査するステップとを含む、モノクロメータの製造方法を提供する。

【0010】

本発明はまた、モノクロメータの製造方法であって、電子線の入射方向（ z ）と垂直な平面（ xy ）をなす複数の電極で構成されるが、前記複数の電極は前記入射方向（ z ）と平行に形成された長方形開口部を備え、前記電極に電圧が印加されると、前記長方形開口部が形成した電場の静電レンズの作用により、前記入射方向の中心軸（ $x_0 y_0$ ）に沿って入射する電子線が、前記長方形開口部の短辺方向（ x ）にエネルギー分布によって互いに異なる位置に偏向して、前記入射方向と平行に進行するようにする第1電極部を用意するステップと、前記偏向して進行する電子線のうち、予め定めたエネルギー範囲（ E 、 $E + \Delta E$ ）に属する粒子を、予め定めた偏向位置（ $x + S_x$ ）で選択的に通過させるように、前記偏向する方向（ x ）が短辺（ S_x ）に形成された複数の長方形エネルギー選択スリット、複数の円形スリット、および複数のダミースリットを備える絞り部を用意するステップと、偏向して進行する電子線のスリットを切り換えるために位置を移動調節する移動調節部を用意するステップとを含む、前記絞り部を用意するステップは、中心層の上面および下面に金属薄膜を形成した薄膜層を複数のスリットを加工するものであり、前記中心層の材質は窒化ケイ素（ Si_3N_4 ）、炭素（ C ）、白金イリジウム（ $PtIr$ ）またはモリブデン（ Mo ）で厚さが $20\text{ nm} \sim 500\text{ }\mu\text{m}$ であり、前記金属薄膜の材質は白金（ Pt ）または金（ Au ）で厚さは $10\text{ nm} \sim 200\text{ nm}$ である薄膜層をスパッタリングで蒸着して用意するステップと、前記蒸着された金属薄膜の厚さを原子力顕微鏡（ AFM ）で測定するステップと、前記薄膜層を FIB 装置で加工して、直径 $10\text{ nm} \sim 500\text{ }\mu\text{m}$ の円形スリット、および短辺の長さは $50\text{ nm} \sim 100\text{ }\mu\text{m}$ でかつ長辺の長さは $100\text{ nm} \sim 1000\text{ }\mu\text{m}$ の長方形スリットを形成するステップと、走査型電子顕微鏡（ SEM ）または走査型透過電子顕微鏡（ $STEM$ ）で前記形成されたスリットの形状を観察し、寸法を測定する検査ステップとを含む、モノクロメータの製造方法を提供する。

【0011】

本発明はまた、前記 FIB 装置で加工するステップは、前記薄膜層を支持するホルダ（holder）を FIB 装置に装着し、前記薄膜層をエッチングしてスリットを形成する、モノクロメータの製造方法を提供する。

【0012】

本発明はさらに、前記 FIB 装置で加工するステップは、前記薄膜層を支持するホルダを FIB 装置に装着するが、前記第1電極部の前記長方形開口部の長辺方向と前記長方形スリットの長辺方向との互いにずれる角度範囲が1度以内となるように精密エッチングする、モノクロメータの製造方法を提供する。

【0013】

本発明はまた、前記複数のダミースリットは、前記円形スリットまたは前記長方形スリットを FIB 装置で加工するステップにおいて、 FIB 加工条件の選択と FIB ビームの焦点および非点補正調整時に生成される、モノクロメータの製造方法を提供する。

【0014】

本発明はまた、前記走査電子顕微鏡（ SEM ）または走査型透過電子顕微鏡（ $STEM$ ）でスリットを検査するステップは、前記薄膜層を支持するホルダを前記 SEM または $STEM$ に移送して検査する、モノクロメータの製造方法を提供する。

【0015】

本発明はまた、前記検査は、前記第1電極部の前記長方形開口部の長辺方向と前記長方形スリットの長辺方向との互いにずれる角度範囲が1度以内の時に合格基準とする、モノクロメータの製造方法を提供する。

【0016】

本発明はさらに、前記検査は、前記加工された長方形スリットの断面に付着した微粒子の大きさが 5 nm 以上の時に不合格基準とする、モノクロメータの製造方法を提供する。

【0017】

本発明はまた、前記検査は、前記加工された長方形スリットの長辺と短辺の長さの誤差

がそれぞれの設計値に比べて1/10以下の時に合格基準とする、モノクロメータの製造方法を提供する。

【0018】

本発明はさらに、前記検査は、前記走査型透過電子顕微鏡（STEM）の顕微鏡画像（image）を用い、前記走査型透過電子顕微鏡（STEM）の電子線のエネルギーが前記モノクロメータを備えた電子線装置でモノクロメータを通過した電子線のエネルギーに等しいか大きい時、前記加工されたスリット以外の部分で電子が透過しない場合に合格基準とする、モノクロメータの製造方法を提供する。

【0019】

本発明はまた、前記検査は、前記走査電子顕微鏡（SEM）の顕微鏡画像により前記薄膜層表面に帯電した部分がない時に合格基準とする、モノクロメータの製造方法を提供する。

【0020】

本発明はまた、前記加工するステップおよび前記検査するステップは、FIB加工のための試料室が走査電子顕微鏡（SEM）または走査型透過電子顕微鏡（STEM）の試料室と同一の真空装置内に設けられた複合装置で実施する、モノクロメータの製造方法を提供する。

【発明の効果】

【0021】

本発明のスリットは、エネルギー選択のためのスリットの幅を微細かつ精密に加工するために集束イオンビーム装置（FIB）で加工し、加工されたスリットを走査型電子顕微鏡または透過型電子顕微鏡で測定した。また、FIB光学系と電子顕微鏡を共に設けた装置を用いて加工と同時に（in-situ）測定を行って、装置間の移動時間を短縮し、製造費用を低減するだけでなく、スリットの加工精度を高めることができ、スリットの正確な寸法、スリットに付着する汚染粒子（particle）の有無、電子線のスリット以外の部分の通過可否およびスリットの静電気検査によりスリットの寸法精度を改善して、空間分解能とエネルギー分解能が向上したスリットを備えた絞り部を実現して、最終的に高性能モノクロメータを製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【0022】

【図1】本発明の一実施形態に係る、スリットの製造方法で加工したスリット形状の電子顕微鏡画像である。

【図2】本発明の一実施形態に係る、スリットの製造方法で加工した複数の多様な大きさのスリット配列に対する電子顕微鏡画像である。

【図3】本発明の一実施形態に係る、スリットの製造方法で加工したスリットを電子顕微鏡で測定するための試料ホルダの概念図である。

【図4】本発明の一実施形態に係る、FIBでスリットを加工する概念図である。

【図5】本発明の一実施形態に係る、加工されたスリットをSEMまたはSTEMを用いて検査する概念図である。

【図6】本発明の一実施形態に係る、電子顕微鏡とFIB光学系が共に設けられた装置において、FIBでスリットを加工する概念図である。

【図7】本発明の一実施形態に係る、電子顕微鏡とFIB光学系が共に設けられた装置において、スリット加工後に電子顕微鏡でスリットを測定する概念図である。

【図8】絞り部のスリット幅（width）が狭くなるほどより精密なエネルギー分解能が得られることを示す、スリット間隔に応じたエネルギー分解能の関係を示すグラフである。

【図9】本発明の一実施形態に係る、モノクロメータを備えた電子線装置がEELSとSEMに実現されたシステムを示す概念図である。

【図10】本発明の一実施形態に係る、モノクロメータの絞り部に対する（a）平面図および（b）断面図である。

【図11】本発明の一実施形態に係る、モノクロメータを備えた電子線装置がEELSと

10

20

30

40

50

T E Mに実現されたシステムを示す概念図である。

【図 1 2】本発明の一実施形態に係る、モノクロメータの絞り部に形成されたスリットの配列を示す概念図である。

【図 1 3】本発明の一実施形態に係る、エネルギーの異なる電子線の分布、ならびに電子線が通過するスリットを示すとともに、電子線ビームの分布方向に対し、エネルギー選択スリットの位置整列調整を行う前後の状態を示す概念図である。

【図 1 4】本発明の一実施形態に係る、入射絞り部の電子線エネルギー分布とスリットを備えたモノクロメータの絞り部を示す概念図である。

【図 1 5】本発明の一実施形態に係る、入射絞り部の電子線エネルギー分布と円形スリットとエネルギー選択スリットを各 1 列ずつ配列したモノクロメータの絞り部を示す概念図である。

10

【図 1 6】本発明の一実施形態に係る、入射絞り部の電子線エネルギー分布と 1 列の円形スリットおよび複数の列で構成されたエネルギー選択スリットを並んで配列したモノクロメータの絞り部を示す概念図である。

【図 1 7】本発明の一実施形態に係る、入射絞り部の電子線エネルギー分布と複数の円形スリットおよび複数の列で構成されたエネルギー選択スリットを並んで配列したモノクロメータの絞り部を示す概念図である。

【図 1 8】本発明の一実施形態に係る、モノクロメータを備えた電子線装置でエネルギー選択スリットが第 1 電極部を通過した電子ビームの中心部に整列された状態のモノクロメータの絞り部を示す概念図である。

20

【発明を実施するための形態】

【0 0 2 3】

以下、本発明の属する技術分野における通常の知識を有する者が容易に実施できる程度に好ましい実施例を、図面を参照して詳細に説明する。本発明の詳細な説明に先立ち、以下に説明される本明細書および請求の範囲に使われた用語や単語は、通常または辞書的な意味に限定して解釈されてはならない。したがって、本明細書に記載の実施例と図面に示された構成は、本発明の最も好ましい一実施例に過ぎず、本発明の技術的思想をすべて代替するものではないので、本出願時点においてこれらを代替できる多様な均等物と変形例がありうることを理解しなければならない。

【0 0 2 4】

30

図 1 は、本発明の一実施形態に係る、スリットの製造方法で加工したスリット形状の電子顕微鏡画像である。本発明の一実施形態に係るモノクロメータの製造方法は、電子線装置でエネルギー範囲を制限する長方形開口部がある複数の電極を備えた第 1 電極部を用意するステップと、複数の長方形エネルギー選択スリット、複数の円形スリットおよび複数のダミースリットが形成され、電子線が通過できるスリット加工面を備えた絞り部を用意するステップと、スリットの位置を電子線の位置に応じて移動切り換えるために絞りの位置を移動調節する移動調節部を用いて、前記絞り部を前記電極部に組み立てるステップとを含む。本発明の一実施形態において、前記絞り部を用意するステップは、前記スリット加工面に薄膜層を用意するステップと、前記薄膜層を F I B で加工して、複数の長方形エネルギー選択スリット、および複数の円形スリットを形成するステップと、走査電子顕微鏡 (S E M) または走査型透過電子顕微鏡 (S T E M) でスリットを検査するステップとを含む。

40

【0 0 2 5】

図 2 は、本発明の一実施形態に係るスリットの製造方法により加工した複数の多様な大きさのスリット配列に関する電子顕微鏡の画像であり、図 3 は、本発明の一実施形態に係る、スリットの製造方法により加工したスリットを電子顕微鏡で測定するための試料ホルダの概念図である。前記配列されたスリットのうち、長方形エネルギー選択スリット 1 2 3 ~ 1 2 7 は、大きさが最も大きいスリット 1 2 3 から最も小さいスリット 1 2 7 まで並んで配列される。また、電子顕微鏡における観察のためにホルダ 3 0 ' はガイド 3 0 1 に接する。加工されたスリットは薄膜に形成されるため、加工装置の F I B での観察および

50

測定装置の電子顕微鏡に移動する間に接触による損傷が発生しうる。したがって、スリットを前記ホルダ30'にガイド301を用いて固定し、ホルダ単位で搬送して保護する。また、ホルダをガイド301が装着された状態でFIB装置に設けて、ホルダとガイドとの接合面を基準として長方形スリットの長辺方向とモノクロメータの長方形長辺方向(Y方向)との間の角度が1度以内で一致する長方形スリットを加工することができる。本発明の一実施形態に係るモノクロメータの製造方法は、電子線の入射方向(z)と垂直な平面(xy)をなす複数の電極で構成され、前記複数の電極は前記入射方向(z)と平行に形成された長方形開口部を備え、前記電極に電圧が印加されると、前記長方形開口部が形成した電場の静電レンズの作用により、前記入射方向の中心軸($x_0 y_0$)に沿って入射する電子線が、前記長方形開口部の短辺方向(x)にエネルギー分布によって互いに異なる位置に偏向して、前記入射方向と平行に進行するようにする第1電極部を用意するステップと、前記偏向して進行する電子線のうち、予め定めたエネルギー範囲($E, E + \Delta E$)に属する粒子を、予め定めた偏向位置($x + S_x$)で選択的に通過させるように、前記偏向する方向(x)が短辺(S_x)に形成された複数の長方形エネルギー選択スリット、複数の円形スリットおよび複数のダミースリットを具備する絞り部を用意するステップと、偏向して進行する電子線のスリットを切り換えるために位置を移動調節する移動調節部を用意するステップとを含む。本発明の一実施形態において、前記絞り部を用意するステップは、中心層の上面および下面に、金属薄膜を形成した薄膜層を、複数のスリットを加工するものであり、前記中心層の材質は窒化ケイ素(Si_3N_4)、炭素(C)、白金イリジウム(PtIr)またはモリブデン(Mo)であり、かつ厚さが20nm~500μm、前記金属薄膜の材質は白金(Pt)または金(Au)でかつ厚さは10nm~200nmの薄膜層をスパッタリングで蒸着して用意するステップと、前記蒸着された金属薄膜の厚さを原子力顕微鏡(AFM)で測定するステップと、前記薄膜層をFIBで加工して、直径が10nm~500μmの円形スリット、および短辺の長さは50nm~100μmでかつ長辺の長さは100nm~1000μmの長方形スリットを形成するステップと、走査型電子顕微鏡(SEM)または走査型透過電子顕微鏡(STEM)で前記形成されたスリットの形状を観察し、寸法を測定する検査ステップとを含む。スリットを製造するためにFIBで薄膜を加工すると、短辺が50nmから100μmの範囲の狭い幅を有するスリットを形成できるという利点がある。

【0026】

図4は、本発明の一実施形態に係る、FIB装置でスリットを加工する概念図である。本発明の一実施形態において、前記FIBで加工するステップは、前記薄膜層を支持するホルダをFIBに装着し、前記薄膜層をエッチングしてスリットを形成する。本発明の他の実施形態において、前記FIBで加工するステップは、前記薄膜層を支持するホルダをFIBに装着するが、前記第1電極部の前記長方形開口部の長辺方向と前記長方形スリットの長辺方向との互いにずれる角度範囲が1度以内となるように精密エッチングする。本発明の一実施形態において、前記複数のダミースリットは、前記円形スリットまたは前記長方形スリットをFIBで加工するステップにおいて、FIB加工条件の選択とFIBビームの焦点および非点補正調整時に生成される。FIB装置に新しい試料を導入した時、FIB加工条件の選択とFIBイオンビームの焦点およびイオン非点補正用調整のためのイオンビーム走査によって形成される開口は不要な開口になってしまう問題があったが、電子ビーム選択用ではなく、位置の基準点となるダミースリットを形成する作業に用いることができる。

【0027】

図5は、本発明の一実施形態に係る、加工されたスリットをSEMまたはSTEMを用いて検査する概念図である。本発明の一実施形態において、前記走査電子顕微鏡(SEM)または走査型透過電子顕微鏡(STEM)でスリットを検査するステップは、前記薄膜層を支持するホルダを前記SEMまたはSTEMに搬送して検査する。本発明の電子顕微鏡は、電子線装置の光学系811で試料入射電子線52を試料に入射させる。前記入射した電子線の作用により、SEMの場合には、試料室の試料から出た二次電子54を二次

電子検出器 831、832 で検出し、S T E M の場合には、試料室の試料を透過した電子線 53 を走査透過電子顕微鏡用検出器 835 により検出する。前記検査は、本発明の一実施形態において、前記第 1 電極部の前記長方形開口部の長辺方向と前記長方形スリットの長辺方向との互いにずれる角度範囲が 1 度以内の時に合格基準とし、前記加工された長方形スリットの断面に付着した微粒子の大きさが 5 nm 以上の時に不合格基準とし、前記加工された長方形スリットの長辺と短辺の長さの誤差がそれぞれ設計値に比べて $1/10$ 以下の時に合格基準とする。本発明の他の実施形態において、前記検査は、前記走査型透過電子顕微鏡 (S T E M) の顕微鏡画像を用い、前記走査型透過電子顕微鏡 (S T E M) の電子線のエネルギーが前記モノクロメータを備えた電子線装置でモノクロメータを通過した電子線のエネルギーに等しいか大きい時、前記加工されたスリット以外の部分で電子が透過しない場合に合格基準とし、前記走査電子顕微鏡 (S E M) の顕微鏡画像により前記薄膜層表面に帯電した部分がない時に合格基準とする。

10

【0028】

図 6 は、本発明の一実施形態に係る、電子顕微鏡光学系 811 と F I B 光学系 812 が共に設けられた装置で F I B でスリットを加工する概念図であり、図 7 は、本発明の一実施形態に係る、電子顕微鏡と F I B が共に設けられた装置でスリット加工後に電子顕微鏡でスリットを測定する概念図である。F I B でスリットを加工する時は、スリット加工面が F I B のイオンであるガリウム (G a) イオンビーム 51 の入射方向に垂直に位置し、電子顕微鏡で観察および測定する時は、加工面が電子線ビームの入射方向に垂直に位置する。本発明の一実施形態において、前記電子顕微鏡で観察および測定する時は、加工面が電子線ビームの入射方向に垂直に位置してから、精密観察のために、試料ホルダの傾きにより一定の範囲内で傾斜角を有することができる。本発明の一実施形態において、前記加工するステップおよび前記検査するステップは、F I B 加工のための試料室が走査電子顕微鏡 (S E M) または走査型透過電子顕微鏡 (S T E M) の試料室と同一の真空装置内に設けられた複合装置で実施する。F I B と電子顕微鏡を共に設けた装置を用いて加工と同時に測定を行うと、装置間の移動時間を短縮し、製造費用を低減できるという利点がある。

20

【0029】

図 8 は、絞り部のスリット幅が狭くなるほどより精密なエネルギー分解能が得られることを示す、スリットの間隔に応じたエネルギー分解能の関係を示すグラフである。スリットの幅を狭くするほど電子線のエネルギーの均一度を高めることが可能である。

30

【0030】

図 9 は、本発明の一実施形態に係る、モノクロメータを備えた電子線装置が E E L S (Electron Energy Loss Spectroscopy) 80 と S E M に実現されたシステムを示す概念図である。本発明の一実施形態において、前記モノクロメータを備えた電子線装置は、電子源 390 と、前記電子源から放出された電子線を集束する第 1 伝送レンズ 190 と、前記第 1 伝送レンズを通過した電子線 50 のエネルギーを予め定めた範囲に制限するモノクロメータと、レンズ系 810 と、前記レンズ系に含まれるか、前記レンズ系とは別に電子線を追加集束する第 2 伝送レンズ 290 と、検出器 831、832 とを含む。前記電子源がレンズ系を通過した後、真空試料室 900 内の試料ホルダ 860 上に置かれた試料 850 に走査されて放出する反射電子および二次電子は、前記検出器 831、832 で検出される。本発明の一実施形態において、前記モノクロメータは、複数の長方形エネルギー選択スリット 120、121、複数のダミースリット 20、および複数の円形スリット 11 を備えた絞り部 60 と、スリットを切り換えるために絞りの位置を移動調節する移動調節部 861 とを含む。本発明の一実施形態において、前記 E E L S 80 は、E E L S 用絞り部 62 および電子検出器 830 を備える。本発明の一実施形態において、前記電子源、前記真空試料室および前記レンズ系は、真空ポンプ P1、P2 により真空排気するか真空状態を維持する。前記電子線装置は、電氣的制御装置 910 および制御用コンピュータ 920 により制御する。

40

【0031】

50

本発明の一実施形態において、前記モノクロメータは、前記電子線の入射方向（ z ）と垂直な平面（ xy ）をなす複数の電極で構成されるが、前記複数の電極は、前記入射方向（ z ）と平行に形成された長方形開口部を備え、前記電極に電圧が印加されると、前記長方形開口部が形成した電場の静電レンズの作用により、前記入射方向の中心軸（ x_0y_0 ）に沿って入射する電子が、前記長方形開口部の短辺（ S_x ）方向（ x ）にエネルギー分布によって互いに異なる位置 501、502、503 に偏向して前記入射方向と平行に進行するようにする第1電極部 90 と、前記偏向して進行する電子線のうち、予め定めたエネルギー範囲（ E 、 $E + \Delta E$ ）に属する粒子を、予め定めた偏向位置（ $x + S_x$ ）で選択的に通過させるように、偏向する方向が短辺（ S_x ）の方向（ x ）に形成された複数の長方形エネルギー選択スリット 503、120、121、位置選定のための複数のダミースリット 20 および複数の円形スリット 11 を備える絞り部 60 と、偏向して進行する電子線のエネルギーに応じてスリットの位置を移動調節する移動調節部 861 とを含む。

10

【0032】

前記第1電極部は、長方形開口部が並んで配列された複数の電極で構成され、前記長方形開口部の長辺を y 軸とし短辺を x 軸とする時、入射する電子線は、 x 軸の原点から予め定めた微小距離（ δx ）分だけ移動し y 軸は移動しない原点に入射する。つまり、前記第1電極部に入射する電子線は偏向して入射し、開口部が形成する電位の中心を外れた位置に入射して x 方向に偏向力を受ける。この時、長方形開口部の短辺方向の x 方向に移動したため、長辺方向の y 方向には軌跡変化がなく、 x 方向には軌跡変更をしながらエネルギーごとに荷電粒子線が分離されて進行する。

20

【0033】

つまり、長方形開口部が並んで配列された複数の電極である第1電極部を通過した電子線がなすビームは、中心部エネルギー（ E_0 ）の電子線 500 と、中心部エネルギーより小さい値（ $E_0 - \delta E$ ）のエネルギー電子線 501 および中心部エネルギーより大きい値（ $E_0 + \delta E$ ）のエネルギー電子線 502 に分離されて進行する。この時、前記絞り部 60 のエネルギー選択スリット 503 を前記中心部エネルギー（ E_0 ）の電子線 500 に整列して（700）、均一なエネルギーを有する電子線のみ選択的に通過させる。このような整列は、前記スリットの位置を移動調節する移動調節部 861 を調節して行う。

【0034】

本発明の一実施形態において、前記絞り部のスリット幅を狭く形成するために、前記スリットは、中心層 23 の上面 21 および下面 22 に金属薄膜を形成した薄膜層に形成するものであり、前記中心層の材質は窒化ケイ素（ Si_3N_4 ）、炭素（C）、白金イリジウム（PtIr）またはモリブデン（Mo）でかつ厚さが $20\text{ nm} \sim 500\text{ }\mu\text{m}$ であり、前記金属薄膜の材質は白金（Pt）または金（Au）でかつ厚さは $10\text{ nm} \sim 200\text{ nm}$ であり、前記円形スリット 11 の直径は $10\text{ nm} \sim 500\text{ }\mu\text{m}$ であり、前記長方形スリットの短辺（ S_x ）の長さは $50\text{ nm} \sim 100\text{ }\mu\text{m}$ であり、長辺（ S_y ）の長さは $100\text{ nm} \sim 1000\text{ }\mu\text{m}$ に形成する。

30

【0035】

図10は、本発明の一実施形態に係る、モノクロメータの絞り部の連結構造 5 に対する（a）平面図および（b）断面図である。本発明の一実施形態において、前記絞り部は、前記薄膜層を支持するホルダ 30 と、前記ホルダを移動調節部 861 に連結する支持部 31 と、前記移動調節部 861 を前記絞り部設置装置に固定するベース 33 とを含み、前記移動調節部 861 は、前記偏向する方向（ x ）または前記偏向する方向と垂直方向（ y ）に前記スリットの移動を可能にする。前記絞り部の前記薄膜層に絞り部のスリット 1 が形成され、前記薄膜層は中心層を基準に金属薄膜をコーティングされ、その絞り部のコーティング層断面 2 を観察すると金属薄膜が中心層の両側に互に対称して位置する。本発明の一実施形態において、前記ホルダ 30 は、電子線装置の鏡筒（column）に鏡筒結合部 32 を介して連結される。また、前記ホルダ 30 は、ホルダ結合部 300 を用いて前記支持部 31 に固定される。

40

【0036】

50

図11は、本発明の一実施形態に係る、モノクロメータを備えた電子線装置がEELSとTEMに実現されたシステムを示す概念図である。本発明の一実施形態において、前記モノクロメータを備えた電子線装置は、電子源390と、前記電子源から放出される電子線50のエネルギーを予め定めた範囲に制限するモノクロメータと、レンズ系810と、STEM(ScanningTransmission Electron Microscopy)用検出器833と、TEM用検出器840とを含む。前記電子源がレンズ系を通過した後、真空試料室内の試料ホルダ860に位置した試料850を透過する透過電子は、前記STEM(走査型透過電子顕微鏡)用検出器833および／または前記TEM用検出器840で検出される。本発明の一実施形態において、前記モノクロメータは、複数の長方形エネルギー選択スリット120、121、複数のダミースリット20、および複数の円形スリット11を備えた絞り部60と、スリットを切り換えるために絞りの位置を移動調節する移動調節部861とを含む。本発明の一実施形態において、前記EELS80は、EELS用絞り部62および電子検出器830を備える。本発明の一実施形態において、前記電子源、前記真空試料室および前記レンズ系は、真空ポンプP1、P2により真空排気するか真空状態を維持する。前記電子線装置は、電氣的制御装置910および制御用コンピュータ920により制御する。

【0037】

図12は、本発明の一実施形態に係る、モノクロメータの絞り部に形成されたスリットの配列を示す概念図であり、図13は、本発明の一実施形態に係る、電子線ビームの分布方向によってエネルギー選択スリットの位置整列を示す概念図である。本発明の一実施形態に係る前記ホルダ30、前記支持部31、前記移動調節部861、および前記ベース33の接続面は、それぞれ前記第1電極部の前記四角形孔の長辺方向に対する角度範囲が1度以内である。つまり、前記ホルダ、前記支持部、前記移動調節部および前記ベースを調整して、前記スリットと前記第1電極部の長辺方向の角度の誤差範囲は1度以内にならない。

【0038】

図14は、本発明の一実施形態に係る、入射絞り部の電子線エネルギー分布とスリットを備えたモノクロメータの絞り部を示す概念図である。複数のスリットを備えた形態を示す。本発明の一実施形態に係る前記複数の長方形エネルギー選択スリット120、121は、同一の大きさまたは異なる大きさで、前記電子線が偏向する方向である短辺(S_x)の方向(x)と直交する長辺(S_y)の方向(y)に予め定めた間隔(L_y)だけ離れて配列されることが好ましい。また、前記直交する長辺(S_y)の方向(y)に沿って配列される予め定めた間隔(L_y)は、前記第1電極部に入射する電子線の断面分布を予め定めた大きさに制限して前記中心軸(x_0, y_0)に入射させる入射絞り61の開口部の直径より大きいことが好ましい。

【0039】

図15は、本発明の一実施形態に係る、入射絞り部の電子線エネルギー分布と円形スリットとエネルギー選択スリットを各1列ずつ配列したモノクロメータの絞り部を示す概念図である。本発明の一実施形態に係る前記複数の円形スリット11は、同一の大きさまたは互いに異なる大きさであり、前記複数の円形スリット11は、前記複数の長方形スリット120、121から前記偏向する方向である短辺(S_x)の方向(x)に予め定めた距離(M_x)だけ離隔して並んで配列される。本発明の他の実施形態に係る前記複数の円形スリット11は、前記入射方向の中心軸 X_0 と一致する位置に配列される。本発明の一実施形態において、前記エネルギー範囲(E、 $E + \Delta E$)に制限しない場合、前記第1電極部に印加される電圧をOFFして電子線を偏向させずに直進させて、前記入射方向の中心軸 X_0 の延長線上に一致する位置に配置された前記複数の円形スリット11のうちの1つを用いて試料に電子線を照射する。

【0040】

図16は、本発明の一実施形態に係る、入射絞り部の電子線エネルギー分布と1列の円形スリットおよび複数の列で構成されたエネルギー選択スリットを並んで配列したモノクロメータの絞り部を示す概念図であり、図17は、本発明の一実施形態に係る、入射絞り

部の電子線エネルギー分布と複数の円形スリットおよび複数の列で構成されたエネルギー選択スリットを並んで配列したモノクロメータの絞り部を示す概念図である。本発明の一実施形態において、前記複数の長方形エネルギー選択スリット120、121は、同一の大きさに前記電子線が偏向する方向である短辺(S_x)の方向(x)および前記偏向する方向と直交する方向(y)に沿ってそれぞれ予め定めた間隔(L_x 、 L_y)で配列され、前記直交する方向(y)に沿って配列される予め定めた間隔(L_y)は、入射する電子線の断面分布を予め定めた大きさに制限して、前記中心軸($x_0 y_0$)に入射させる入射絞りの開口部の直径より大きい。本発明の他の実施形態において、前記複数の長方形エネルギー選択スリット120、121は、複数の同一の大きさおよび複数の互いに異なる大きさを含み、前記複数の同一の大きさを有するスリットは、電子線が偏向する方向である短辺(S_x)の方向(x)に沿って予め定めた間隔(L_x)で配列され、前記複数の互いに異なる大きさを有するスリットは、前記偏向する方向(x)と直交する方向(y)に沿って予め定めた間隔(L_y)で配列され、前記直交する方向(y)に沿って配列される予め定めた間隔(L_y)は、入射する電子線の断面分布を予め定めた大きさに制限して、前記中心軸($x_0 y_0$)に入射させる入射絞り61の開口部の直径より大きくなる。

10

【0041】

本発明の一実施形態において、前記偏向する方向である短辺(S_x)の方向(x)の中心位置で前記偏向する方向である短辺(S_x)の方向(x)と直交する方向(y)の両縁にそれぞれ1つずつ位置する。本発明の他の実施形態において、前記複数の円形スリット11は、同一の大きさまたは互いに異なる大きさであり、前記円形スリット11は、前記偏向する方向である短辺(S_x)の方向(x)と直交する方向(y)に沿って配列されるか、前記直交する方向(y)の両縁に一致する。また、本発明の電子線装置は、前記エネルギー範囲(E 、 $E + \Delta E$)に制限しない場合、前記第1電極部に印加される電圧をOFFして電子線を偏向させずに直進させて、前記入射方向の中心軸 X_0 の延長線上に一致する位置に配置された前記複数の円形スリット11のうちの1つを用いて試料に電子線を照射する。また、前記エネルギー選択スリット503の長辺方向は、前記第1電極部の前記長方形開口部の長辺方向と互いにずれる角度範囲が1度以内となるように整列される。

20

【0042】

図18は、本発明の一実施形態に係る、モノクロメータを備えた電子線装置でエネルギー選択スリットが第1電極部を通過した電子ビームの中心部に整列された状態のモノクロメータの絞り部を示す概念図である。本発明の一実施形態において、前記電子線装置は、前記絞り部の後段に、前記エネルギー選択スリットを通過した電子ビームの入射方向(z)と平行に形成された開口部を備えた複数の電極で構成された電極に電圧が印加されると、開口部の電界が前記エネルギー選択スリットを通過した電子線を元の位置である前記入射方向の中心軸($x_0 y_0$)に偏向させる第2電極部91を含み、前記第2電極部の位置は、前記絞りを中心として前記第1電極部と対称である。

30

【0043】

以上、本願の例示的な実施例について詳細に説明したが、本願の権利範囲はこれに限定されるものではなく、次の請求の範囲で定義している本願の基本概念を利用した当業者の様々な変形および改良形態も本願の権利範囲に属する。

40

【0044】

本発明で使われるすべての技術用語は、別途に定義されない以上、本発明の関連分野における通常の当業者が一般的に理解するような意味で使われる。本明細書に参考文献として記載されるすべての刊行物の内容は本発明に導入される。

【符号の説明】

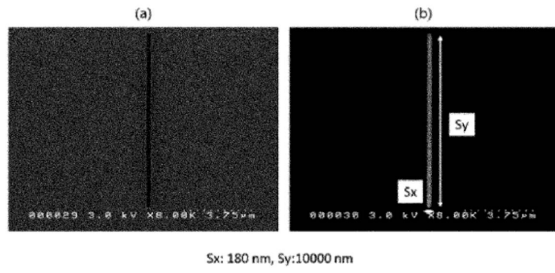
【0045】

- 1：絞り部のスリット
- 2：絞り部のコーティング層断面
- 5：絞り部の連結構造
- 11：円形スリット

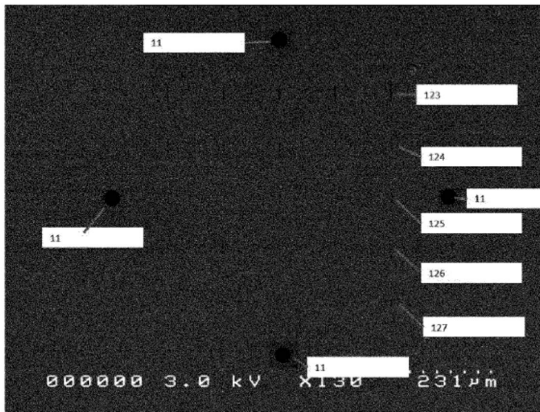
50

20	：ダミースリット	
21	：スリット上面の金属薄膜	
22	：スリット下面の金属薄膜	
23	：スリット中心層	
30	：ホルダ	
30'	：電子顕微鏡観察のためにガイドに接したホルダ	
31	：支持部	
32	：結合部	
33	：ベース	
50	：電子線	10
51	：Ga イオン	
52	：試料入射電子線	
53	：試料透過電子線	
54	：二次電子	
60	：絞り部	
61	：入射絞り	
62	：EELS 用絞り部	
80	：EELS (Electron Energy Loss Spectroscopy)	
90	：第1電極部	
91	：第2電極部	20
120、121	：長方形エネルギー選択スリット	
123～127	：大きさが互いに異なる長方形エネルギー選択スリット	
190	：第1伝送レンズ	
290	：第2伝送レンズ	
300	：ホルダ結合部	
301	：ホルダガイド	
390	：電子源	
500	：エネルギー E_0 の電子線	
501	：エネルギー $E_0 - \delta E$ の電子線	
502	：エネルギー $E_0 + \delta E$ の電子線	30
503	：絞り部のエネルギー選択スリット	
700	：整列状態表示	
810	：レンズ系	
811	：光学系	
830	：電子検出器	
831、832	：検出器	
833、835	：走査透過電子顕微鏡用検出器	
840	：TEM 用検出器	
850	：試料	
860	：試料ホルダ	40
861	：移動調節部	
900	：真空試料室	
910	：電氣的制御装置	
920	：制御用コンピュータ	
P1、P2	：真空ポンプ	

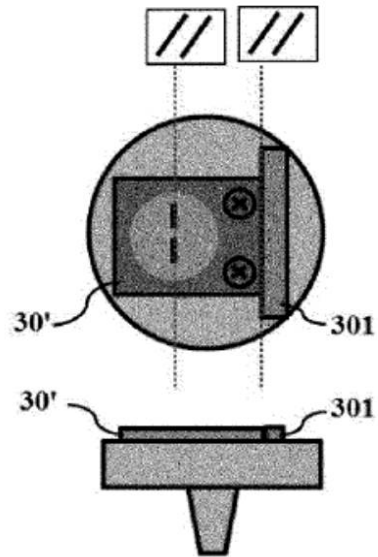
【図 1】



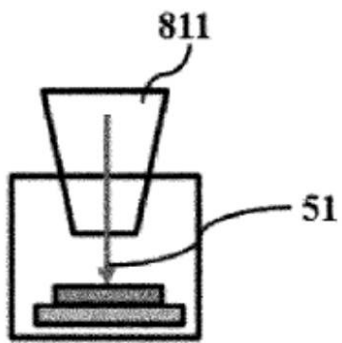
【図 2】



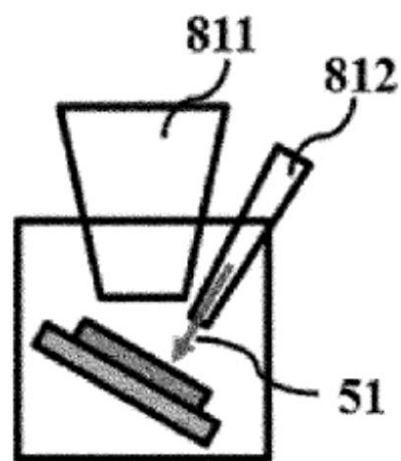
【図 3】



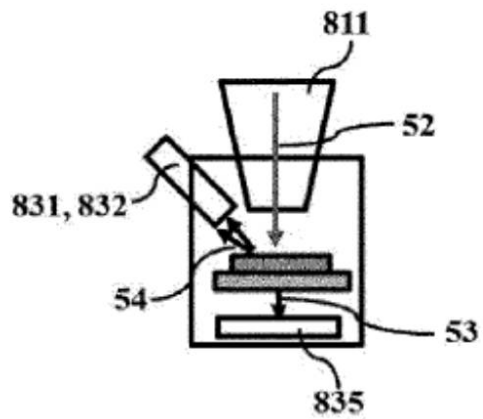
【図 4】



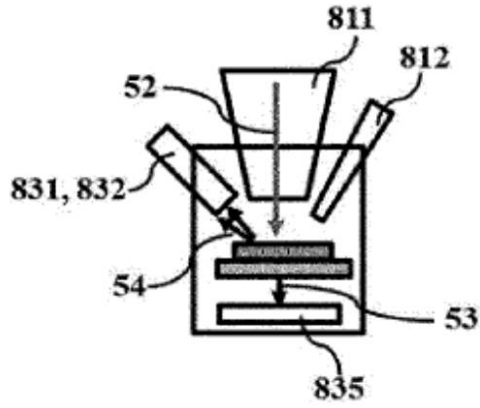
【図 6】



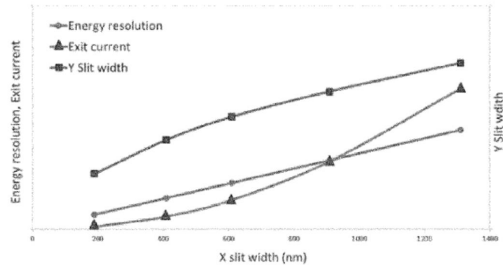
【図 5】



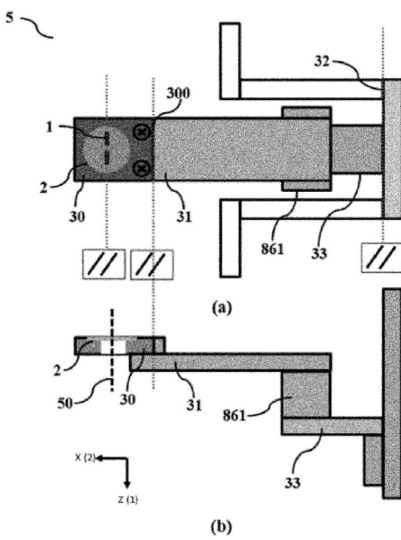
【図 7】



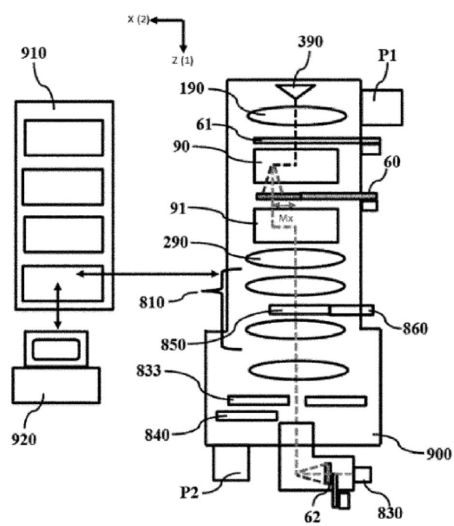
【図 8】



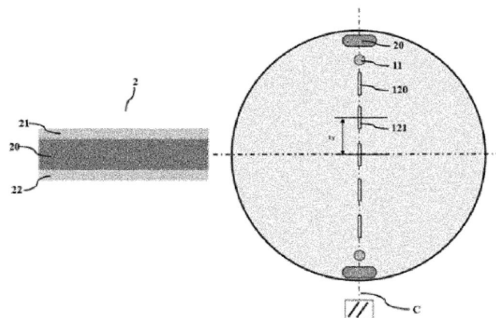
【図 10】



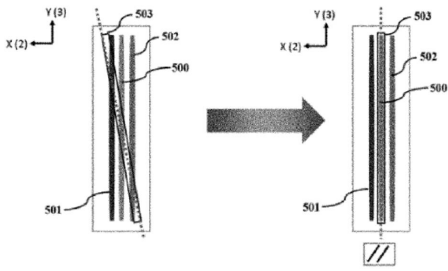
【図 11】



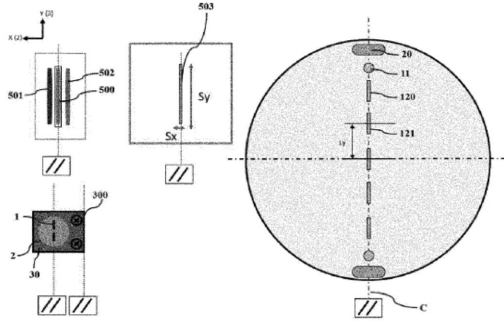
【図 12】



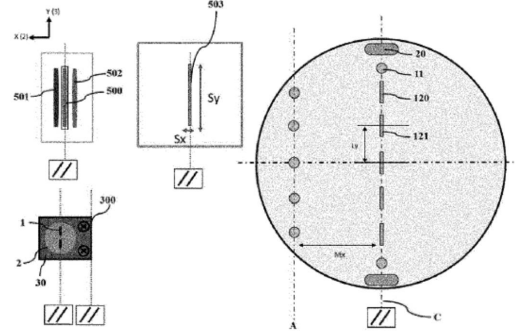
【図 13】



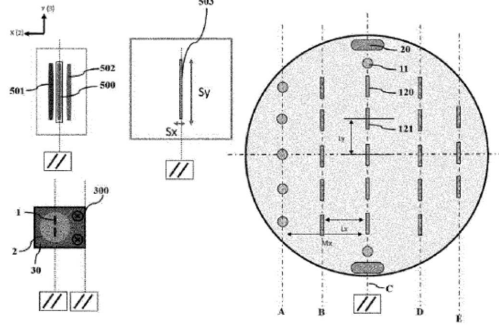
【図 14】



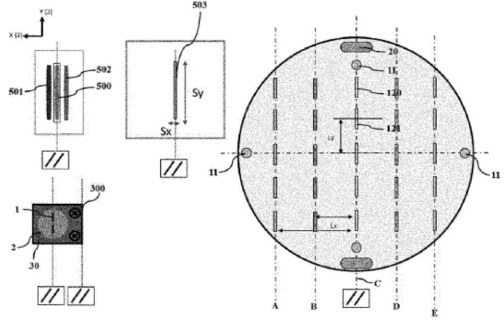
【図 15】



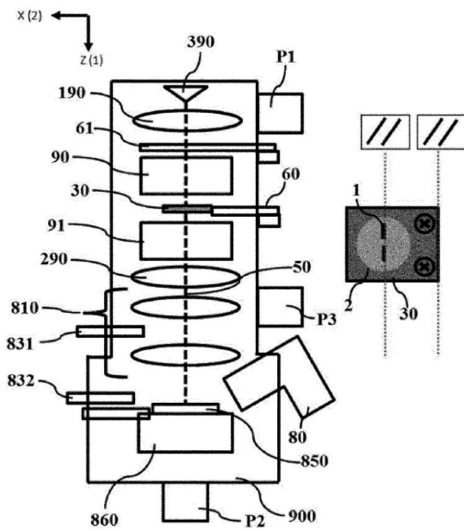
【図 16】



【図 17】



【図 18】



フロントページの続き

(72)発明者 小川 貴志

大韓民国 34127 デジョン ユソング ジュクドンロ 279ボンギル 5-17、202

(72)発明者 キム ジュファン

大韓民国 34120 デジョン ユソング ガジョンロ 65、101-504

審査官 右▲高▼ 孝幸

(56)参考文献 特開昭62-90839 (JP, A)

特開2001-84900 (JP, A)

特表2002-524818 (JP, A)

特開2003-31171 (JP, A)

特開2003-331764 (JP, A)

特開2008-293977 (JP, A)

特開2010-177217 (JP, A)

特開2014-239037 (JP, A)

特開2016-9684 (JP, A)

特開2016-81929 (JP, A)

特開2016-39118 (JP, A)

米国特許第5097126 (US, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01J 37/09

G01N 23/04

G01N 23/2251

H01J 37/05

H01J 37/317

H01J 9/14

Science Direct