

(12)

Patentschrift

(21) Deutsches Aktenzeichen: 11 2013 003 012.8
(86) PCT-Aktenzeichen: PCT/JP2013/065427
(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: WO 2014/002700
(86) PCT-Anmelddatag: 04.06.2013
(87) PCT-Veröffentlichungstag: 03.01.2014
(43) Veröffentlichungstag der PCT Anmeldung
in deutscher Übersetzung: 05.03.2015
(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 06.02.2020

(51) Int Cl.: **H01J 37/20 (2006.01)**

Innerhalb von neun Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(30) Unionspriorität:
2012-145599 28.06.2012 JP

(73) Patentinhaber:
**HITACHI HIGH-TECHNOLOGIES CORPORATION,
Tokyo, JP**

(74) Vertreter:
**Strehl Schübel-Hopf & Partner mbB
Patentanwälte European Patent Attorneys, 80538
München, DE**

(72) Erfinder:
**Nagakubo, Yasuhira, c/o Hitachi High-
Technologies, Tokyo, JP; Mizuo, Takashi, c/o
Hitachi High-Technologies C, Tokyo, JP**

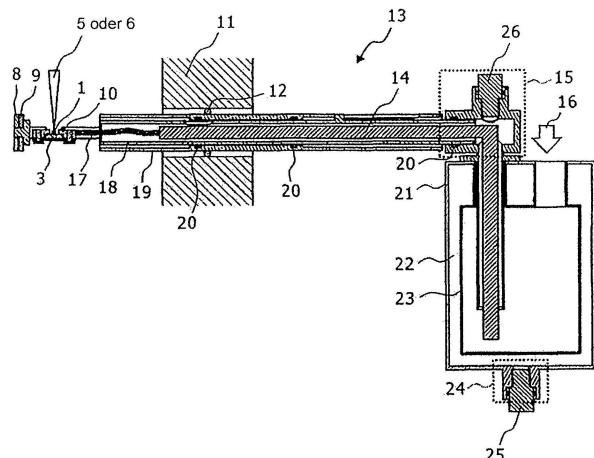
(56) Ermittelter Stand der Technik:

**US 2012 / 0 024 086 A1
US 5 986 270 A
US 5 274 237 A**

**R. C. Henderson et al., A side-entry cold holder
for cryo-electron microscopy, Ultramicroscopy 35
(1991), S. 45 - 53**

(54) Bezeichnung: **Kryo-Probenhalter und Dewargefäß**

(57) Hauptanspruch: Kryo-Probenhalter, aufweisend:
einen Kryo-Probengrundträger (10), an dem ein Kryo-Probensockel (3) befestigt wird, der eine Probe trägt, die mit Ladungsteilchen bearbeitet oder untersucht werden soll,
ein erstes Wärmeleitelement (17), das von einer Kältequelle übertragene Wärme an den Kryo-Probengrundträger überträgt, wobei das erste Wärmeleitelement entsprechend einer Änderung der Ausrichtung der Probe verformt wird,
ein zweites Wärmeleitelement (14), das Wärme von der Kältequelle an das erste Wärmeleitelement überträgt,
ein erstes schlauchförmiges Element (18), dessen Spitze an dem Kryo-Probengrundträger befestigt ist, wobei das erste schlauchförmige Element die ersten und zweiten Wärmeleit-elemente so aufnimmt, dass die ersten und zweiten Wärmeleitelemente in einem Innenraum des ersten schlauchförmigen Elements beweglich sind, und
ein Dewargefäß-Befestigungsteil (15), an dem das erste schlauchförmige Element drehbar befestigt ist und an dem ein Dewargefäß, das die Kältequelle enthält, abnehmbar befestigt ist.



Beschreibung**Technisches Gebiet**

[0001] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf einen Kryo-Probenhalter, der mit einem Ladungsteilchenstrom (zum Beispiel einem fokussierten Ionenstrahlsystem (FIB-System), einem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) oder einem Rastertransmissionselektronenmikroskop (RTEM/STEM)) verwendet wird. Darüber hinaus bezieht sich die vorliegende Erfindung auch auf ein Dewargefäß, das in geeigneter Weise an einem Kryo-Probenhalter befestigt ist.

Stand der Technik

[0002] Ein FIB-System ist ein System, das in der Lage ist, eine Probe durch Bestrahlen der Probe mit einem gebündelten Strahl von Ladungsteilchen in einer beliebigen Form zu bearbeiten. Insbesondere ist ein FIB-System mit einer Mikrosonde in der Lage, eine winzige Probe an einer beliebigen Stelle aus einer Probe zu extrahieren. Dieses Extraktionsverfahren wird als FIB-Mikroprobenahmeverfahren bezeichnet. Das FIB-Mikroprobenahmeverfahren ist ein Verfahren, das für die Herstellung einer Probe geeignet ist, die für die Analyse eines Zustands oder einer Struktur in der Größenordnung von mehreren Nanometern mit einem Elektronenmikroskop oder dergleichen benötigt wird, wobei diese Analyse Gegenstand der Forschung auf dem Gebiet der Nanotechnologie ist (Patentdokument 1).

Zitierliste**Patentdokumente**

- | | |
|-------------------|--------------------|
| Patentdokument 1: | Japanisches Patent |
| JP 2774884 B | |
| Patentdokument 2: | JP H11-96 953 A |
| Patentdokument 3: | JP H10-275 582 A |
| Patentdokument 4: | US 5 986 270 A |
| Patentdokument 5: | JP 2000-513135 A |
| Patentdokument 6: | JP 2004-508661 A |
| Patentdokument 7: | JP 2010-257617 A |

[0003] Weitere Patentdokumente sind US 5 986 270 A, aus der ein flexibler Wärmeleiter von einer Kältequelle zu einem Probengrundträger bekannt ist, sowie US 2012 / 0 024 086 A1 und US 5 274 237 A.

Nicht-Patentdokument

Nicht-Patentdokument 1: Ohnishi T., Koike H., Ishitani T., Tomimatsu S., Umemura K. und Kamino T., Proc. 25th Int. Symp. Test. And Fail. Anal. (1999) 449-453.

Weiteres Nicht-Patentdokument ist R. C. Henderson et al. „A side-entry cold holder for cryo-electron microscopy“, Ultramicroscopy 35 (1991), S. 45 - 53.

Zusammenfassung der Erfindung**Mit der Erfindung zu lösendes Problem**

[0004] Derweilen kann, wenn eine hergestellte Dünnschichtprobe unter einem Elektronenmikroskop untersucht wird, eine Wirkung eines Elektronenstrahls die Temperatur der Probe erhöhen, was es schwierig macht, den inneren Zustand oder die Struktur der Probe zu analysieren. Insbesondere weist eine Probe, die für eine thermische Schädigung anfällig ist, im Allgemeinen eine niedrige Wärmeleitfähigkeit auf, so dass Aufladungs- und Wärmeleiteigenschaften der Probe in großem Maße zur thermischen Schädigung beitragen. Als Gegenmaßnahme für dieses Problem ist ein Verfahren zum Kühlen einer untersuchten Probe vorgeschlagen worden (Patentdokument 2). Ein in Patentdokument 2 vorgeschlagener Kryo-Probenhalter ist jedoch nicht in der Lage, die Wärme einer Kältequelle effizient auf eine Probe zu übertragen, sondern ist nur in der Lage, die Probe gerade zu kühlen.

[0005] Außerdem sollte zur Untersuchung einer Dünnschichtprobe unter einem Elektronenmikroskop die Bestrahlung mit dem Elektronenstrahl senkrecht zu der Dünnschichtoberfläche erfolgen. Daher benötigt diese Art von Kryo-Probenhalter im Allgemeinen einen Mechanismus, mit dem die Ausrichtung der Probe gekippt werden kann. So ist zum Beispiel für die Untersuchung einer kristallinen Probe ein Kippmechanismus in Bezug auf mindestens eine Achse nötig. Im Falle der bekannten Kryo-Probenhalter ist jedoch ein Gefäß, in dem sich eine Kältequelle (zum Beispiel flüssiger Stickstoff) befindet (das Gefäß wird im Folgenden als „Dewargefäß“ bezeichnet) an dem Kippmechanismus befestigt. Daher bewirkt das Kippen des Kryo-Probenhalters auch ein Kippen des Gefäßes, und der freie Oberflächenspiegel des flüssigen Stickstoffs in dem Gefäß verändert sich, was zum Sieden (Blasenbildung) führt. Vibrationen aufgrund des Siedens werden durch den Kryo-Probenhalter auf die Probe übertragen, was die Untersuchung der Probe erschwert. Daher ist ein Kryo-Probenhalter nötig, der mit einem Kippmechanismus ausgerüstet ist, damit eine Probe mit einer niedrigen Wärmeleitfähigkeit

keit mit einer wirksamen Kühlung derselben untersucht werden kann.

[0006] Bei der Bearbeitung mit einem FIB-System kann die Probentemperatur abhängig von den Bearbeitungsbedingungen ansteigen. Insbesondere wenn der Gegenstand der Bearbeitung ein thermisch schwacher Kunststoff, ein Metall mit niedrigem Schmelzpunkt, ein einem Phasenwechsel bei tiefen Temperaturen unterliegender Gegenstand oder dergleichen ist, wird die Probe vorzugsweise unter gleichzeitiger Kühlung der Probe bearbeitet.

[0007] Im Allgemeinen wird ein Teil der Energie der Ladungsteilchen, die an einer Bearbeitungsposition kollidieren, für das Sputtern verwendet, aber der Rest der Energie wird in das Innere der Probe transportiert und in Wärmeenergie umgewandelt. Die Wärmeenergie wird durch das Innere der Probe weitergeleitet und diffundiert in einen Kühlbereich, und nach einer vorbestimmten Zeit stabilisiert sich die Probentemperatur in der Nähe einer Solltemperatur.

[0008] Wenn jedoch die Wärmeenergie aufgrund der Bestrahlung mit Ladungsteilchen die Menge der von der Kältequelle an den Kühlbereich übertragenen Wärme übersteigt, würde die Probentemperatur erhöht. Um eine Probe mit Ladungsteilchen unter Kühlung der Probe zu bearbeiten, ist es daher nötig, die Kühltemperatur, die Bedingungen für die Bestrahlung mit Ladungsteilchen und dergleichen in geeigneter Weise unter Berücksichtigung der Wärmeübertragungseigenschaften und der Form der Probe zu steuern. Bei den bekannten Kryo-Probenhaltern ist jedoch die Menge der übertragenen Wärme sehr klein, wie vorstehend erwähnt, so dass die Steuerung selbst schwierig zu erreichen ist.

[0009] Darüber hinaus sollte bei der Bearbeitung mit einem FIB-System die Bearbeitung durchgeführt werden, während die Bestrahlung mit einem Ionenstrahl aus einer parallelen Richtung auf eine Dünnenschichtoberfläche erfolgt. Bei den bekannten Kryo-Probenhaltern ist jedoch das Gefäß, das die Kältequelle (zum Beispiel flüssigen Stickstoff) enthält, an dem Kippmechanismus befestigt, wie vorstehend erwähnt, so dass ein Kippen des Kryo-Probenhalters auch ein gleichzeitiges Kippen des Gefäßes bewirken würde. Dies führt zum Sieden (Blasenbildung) des flüssigen Stickstoffs, und die entstehenden Vibratoren werden auf die zu bearbeitende Probe übertragen. Daher besteht im Falle von FIB-Systemen auch die Notwendigkeit der Realisierung eines Kryo-Probenhalters, der mit einer Kippfunktion ausgestattet ist, so dass eine Probe mit einer niedrigen Wärmeleitfähigkeit bearbeitet werden kann, während sie gleichzeitig wirksam gekühlt wird.

[0010] Die vorliegende Erfindung ist unter Berücksichtigung des vorstehend genannten Problems ge-

macht worden. Daher ist ein Ziel der Erfindung die Bereitstellung eines Kryo-Probenhalters, der mit einer Kippfunktion ausgestattet ist, so dass eine Probe während ihrer Bearbeitung oder Untersuchung gekühlt werden kann, und einem Dewargefäß für diesen.

Mittel zur Lösung des Problems

[0011] Zur Lösung des vorstehenden Problems weist ein Kryo-Probenhalter nach der vorliegenden Erfindung einen Mechanismus auf, der eine Probe unter Aufrechterhaltung der Lage und Position eines Dewargefäßes in einer festen Richtung kühlen kann, auch wenn die Probe in einer für ihre Bearbeitung oder Untersuchung geeigneten Richtung gekippt wird. Außerdem weist ein Dewargefäß nach der vorliegenden Erfindung einen Vakuumhaltemechanismus an einem äußeren Gefäß auf, mit dem ein inneres Gefäß, das eine Kältequelle enthält, gegenüber der Außenluft vakuumisiert ist.

Wirkung der Erfindung

[0012] Entsprechend dem Kryo-Probenhalter nach der vorliegenden Erfindung kann eine Probe in einer für ihre Bearbeitung oder Untersuchung mit Ladungsteilchen geeigneten Richtung gekippt werden, während die Probe wirksam gekühlt wird. Die Verwendung des Dewargefäßes nach der vorliegenden Erfindung macht es möglich, die Vakuumisolierleistung bei der Untersuchung oder Bearbeitung zu erhöhen und die Kühlung einer Probe mittels einer Kältequelle für lange Zeit aufrechtzuerhalten. Andere als die vorstehend beschriebenen Probleme, Konfigurationen und Wirkungen werden durch Lesen der folgenden Beschreibung einer Ausführungsform klar.

Figurenliste

Fig. 1A zeigt eine schematische Ansicht eines Probensockels zum Kühlen einer Probe, wobei die Positionsbeziehung zwischen der Probe und den Ladungsteilchen in einem Ladungsteilchensystem zur Bearbeitung dargestellt ist.

Fig. 1B zeigt eine schematische Ansicht des Probensockels zum Kühlen einer Probe, wobei die Positionsbeziehung zwischen der Probe und den Ladungsteilchen in einem Ladungsteilchensystem zur Untersuchung dargestellt ist.

Fig. 2 zeigt einen Einbauzustand eines Kryo-Probenhalters, der an einem Ladungsteilchensystem angebracht ist, und einen Schnittaufbau des Kryo-Probenhalters.

Fig. 3A zeigt Ansichten zur Darstellung der Positionsbeziehung zwischen einer Probe und den Ladungsteilchen und der Positionsbeziehung zwischen dem Kryo-Probenhalter und ei-

nem Dewargefäß für den Fall, wo die Probe waagerecht mit den Ladungsteilchen bestrahlt wird.

Fig. 3B zeigt Ansichten zur Darstellung der Positionsbeziehung zwischen einer Probe und den Ladungsteilchen und der Positionsbeziehung zwischen dem Kryo-Probenhalter und dem Dewargefäß für den Fall, wo die Probe senkrecht mit den Ladungsteilchen bestrahlt wird.

Fig. 4 zeigt Ansichten zur Veranschaulichung eines Anwendungszustands des Kryo-Probenhalters bei der Bearbeitung/Untersuchung einer Probe und eines Anwendungszustands des Kryo-Probenhalters zum Zeitpunkt der Abschirmung einer Atmosphäre.

Fig. 5 zeigt eine perspektivische Ansicht einer Spitze des Kryo-Probenhalters.

Fig. 6A zeigt eine perspektivische Ansicht zur Veranschaulichung einer Befestigungskonstruktion eines Kryo-Probensockels, der auf dem Kryo-Probenhalter befestigt ist.

Fig. 6B zeigt eine Aufsicht zur Veranschaulichung der Befestigungskonstruktion des Kryo-Probensockels, der auf dem Kryo-Probenhalter befestigt ist.

Fig. 7 zeigt einen Schnittaufbau des Dewargefäßes, das an dem Kryo-Probenhalter befestigt ist.

Ausführungsform der Erfindung

[0013] Nachstehend wird anhand der Zeichnungen eine Ausführungsform der vorliegenden Erfindung beschrieben. Die Art und Weise, in der die vorliegende Erfindung ausgeführt wird, beschränkt sich nicht auf die nachstehend beschriebene beispielhafte Ausführungsform, und verschiedene Modifikationen sind innerhalb des Umfangs des technischen Gedankens der Erfindung möglich.

[0014] Zunächst wird ein Unterschied zwischen der Positionsbeziehung zwischen den Ladungsteilchen und einer Probe bei der Bearbeitung der Probe und der bei der Untersuchung der Probe beschrieben.

Fig. 1A zeigt die Positionsbeziehung zwischen den Ladungsteilchen und einer Probe bei der Bearbeitung der Probe, während **Fig. 1B** die Positionsbeziehung zwischen den Ladungsteilchen und einer Probe bei der Untersuchung der Probe zeigt.

[0015] Eine Probe 1 ist eine winzige Probe, die zum Beispiel mit einem FIB-Mikroprobenahmeverfahren hergestellt wird. Ein Bearbeitungs-/Untersuchungsbereich 2, mit dem die Probe 1 versehen ist, ist im Falle einer normalen Bearbeitung oder Untersuchung nicht größer als 10 um im Quadrat. Die Probe 1 ist direkt an einem Kryo-Probensockel 3 angebracht, der mit einer Kältequelle gekühlt wird.

[0016] Bei der Bearbeitung (**Fig. 1A**) wird der winzige Bereich mit Ladungsteilchen 5 (zum Beispiel einem Ionenstrahl) aus einer Richtung waagerecht zu einer Dünnschichtoberfläche der Probe 1 über einen Raum 4 bestrahlt. Bei der Untersuchung (**Fig. 1B**) wird andererseits der winzige Bereich mit Ladungsteilchen 6 (zum Beispiel einem Elektronenstrahl) aus einer Richtung senkrecht zu der Dünnschichtoberfläche der Probe 1 über den Raum 4 bestrahlt. In beiden Fällen kann die Bearbeitung und Untersuchung durchgeführt werden, während die Probe 1 gekühlt wird. In beiden Fällen sollte die in dem winzigen Bereich erzeugte Wärme effizient zu dem Kryo-Probensockel 3 hin abgeführt werden, um die Kühlwirkung zu erhöhen. Im Falle dieser Ausführungsform wird ein Aufbau angenommen, bei dem der Bearbeitungs-/Untersuchungsbereich 2 sich in einem engen Abstand von nicht mehr als einigen Mikrometern von dem Kryo-Probensockel 3 befindet. Folglich kann eine hohe Kühlwirkung erwartet werden.

[0017] Bei der Untersuchung (**Fig. 1B**) durchläuft ein Signal 7 (zum Beispiel charakteristische Röntgenstrahlen oder Sekundärelektronen (reflektierte Elektronen)), das von der Probe 1 ausgegeben wird, den Raum 4, um mit einem Detektor effizient erfasst zu werden. Auch wenn in **Fig. 1A** und **Fig. 1B** nicht gezeigt, ist ein Halter, an dem der Kryo-Probensockel 3 befestigt ist, mit einem Mechanismus versehen, der die Probe in senkrechter Richtung in der Zeichnung kippen kann. Dadurch können die Bearbeitung und Untersuchung wie angestrebt durchgeführt werden.

Erste Ausführungsform

Allgemeine Konfiguration

[0018] **Fig. 2** zeigt einen Zustand, in dem ein Kryo-Probenhalter 13 mit einem daran angebrachten Dewargefäß an einem Halteraufnahmeteil 11 eines Ladungsteilchensystems befestigt ist. Der Kryo-Probenhalter 13 ist mittels eines O-Rings 12 verschiebbar und/oder drehbar an dem Halteraufnahmeteil 11 befestigt.

[0019] Der Kryo-Probenhalter 13 weist einen Schieber 19, der ein äußeres Rohr bildet, eine Wärmeabschirmung 18, die ein inneres Rohr bildet, eine L-förmige Kühlstange 14, von der ein Teil in dem inneren Rohr aufgenommen ist, und ein Dewargefäß-Befestigungsteil 15 auf, das die Wärmeabschirmung 18 so hält, dass die Wärmeabschirmung 18 drehbar ist und die Kühlstange 14 hält. Das Dewargefäß-Befestigungsteil 15 hält die Kühlstange 14, wobei ein Teil der Kühlstange 14 in eine Öffnung an dessen unterem Teil eingesteckt ist. Der Teil der Kühlstange 14 steht von der Unterseite des Dewargefäß-Befestigungsteils 15 vor, so dass, wenn ein Dewargefäß an der Unterseite des Dewargefäß-Befestigungsteils 15

befestigt ist, der Teil der Stange in Kontakt mit einer Kältequelle **16** steht.

[0020] Hierbei ist die Kühlstange **14** weder an der Innenseite der Wärmeabschirmung **18** noch an der Innenseite des Dewargefäß-Befestigungsteils **15** befestigt. Wenn es erwünscht ist, die Kühlstange **14** an der Innenseite der Wärmeabschirmung **18** zu befestigen, wird ein Verriegelungsmechanismus **26** verwendet. Der Verriegelungsmechanismus **26** in dieser Ausführungsform verriegelt die Kühlstange **14** durch Pressen der Kühlstange **14** gegen die Innenseite der Wärmeabschirmung **18**, wenn er eingedrückt wird; wird er erneut gedrückt, entriegelt der Verriegelungsmechanismus **26** die Kühlstange **14**.

[0021] Wie nachstehend beschrieben, ist das Dewargefäß mit einer Schraube oder Schrauben oder dergleichen fest an dem Dewargefäß-Befestigungsteil **15** befestigt. Im Übrigen sind das Dewargefäß-Befestigungsteil **15** und die Wärmeabschirmung **18** durch O-Ringe **20** drehbar aneinander befestigt. Der Schieber **19** ist so befestigt, dass er mittels der O-Ringe **20** entlang einer Oberfläche der Wärmeabschirmung **18** hin und her bewegt werden kann.

[0022] Bei dieser Ausführungsform ist ein Spitzenschnitt (ein Abschnitt auf der Probenbefestigungsseite) der Wärmeabschirmung **18** teilweise weggeschnitten, so dass zwei einander gegenüberliegende Arme in Axialrichtung vorstehen, so dass ein Kryo-Probengrundträger **10** zwischen den beiden Armen gehalten werden kann. Hierbei sind der Kryo-Probengrundträger **10** und die Kühlstange **14** über ein flexibles Kälteübertragungselement (zum Beispiel ein schlauchförmiges Metallgewebe) **17** miteinander verbunden. Das flexible Kälteübertragungselement **17** ist ein frei verformbares Element. Daher ist der Kryo-Probengrundträger **10** von der Kühlstange **14** getrennt, und nur der Kryo-Probengrundträger **10** kann unabhängig von der Kühlstange **14** gekippt (in Axialrichtung der Wärmeabschirmung **18** gedreht) werden.

[0023] Der Kryo-Probensockel **3** mit der daran angebrachten Probe **1** ist an dem Kryo-Probengrundträger **10** befestigt. Die Tatsache, dass der Kryo-Probengrundträger **10** unabhängig von der Kühlstange **14** gekippt werden kann, bedeutet daher, dass die Probe **1** unabhängig von der Kühlstange **14** gekippt werden kann. Ein Verfahren bis zum Befestigen der Probe **1** an dem Kryo-Probensockel **3** ist bereits bekannt (Nicht-Patentdokument **1**). Daher wird hier auf die Beschreibung dieses Verfahrens verzichtet.

[0024] Weil der Kryo-Probengrundträger **10** an der Wärmeabschirmung **18** befestigt ist, wie vorstehend erwähnt, bewirkt das Drehen der Wärmeabschirmung **18** im Verhältnis zu dem Dewargefäß-Befestigungsteil **15**, dass sich der Kryo-Probengrundträger

10 zusammen mit der Wärmeabschirmung **18** dreht, wodurch die Ausrichtung der Probe **1** gedreht wird. Der Grund, weshalb der Kryo-Probengrundträger **10** und die Wärmeabschirmung **18** gedreht werden können, liegt darin, dass der Kryo-Probengrundträger **10** und die Kühlstange **14** über das flexible Kälteübertragungselement **17** miteinander verbunden sind, wie vorstehend beschrieben.

[0025] Der Kryo-Probensockel **3** kann von dem Kryo-Probengrundträger **10** abgenommen werden, nachdem die Bearbeitung/Untersuchung beendet ist. Wenn die Bearbeitung/Untersuchung erneut durchgeführt werden soll, kann der Kryo-Probensockel **3** natürlich wieder an dem Kryo-Probengrundträger **10** angebracht werden. Eine Konstruktion zur abnehmbaren Befestigung des Kryo-Probensockels **3** an dem Kryo-Probengrundträger **10** wird später beschrieben.

[0026] Darüber hinaus sind eine Halterspitzenabschirmung **9** und eine Halterspitzenabschirmhalterung **8** der Reihe nach an einer Spitze der Wärmeabschirmung **18** angebracht. Die Halterspitzenabschirmung **9** ist ein Element zum hermetischen Abdichten der Innenseite des Schiebers **19** durch Herstellen eines sicheren Kontakts mit einem Endabschnitt des Schiebers **19**, wenn der Schieber **19** entlang der Achse der Wärmeabschirmung **18** zur Spitze der Wärmeabschirmung **18** geschoben wird. Außerdem ist die Halterspitzenabschirmhalterung **8** ein Element, das verhindert, dass die Halterspitzenabschirmung **9** abfällt.

[0027] Das Dewargefäß weist einen doppelwandigen Gefäßaufbau auf, bestehend aus einem inneren Dewargefäß **23**, das die Kältequelle (zum Beispiel flüssigen Stickstoff) **16** enthält, und einem äußeren Dewargefäß **21**, das das innere Dewargefäß **23** aufnimmt, mit einer Wärmeabschirmung **22** dazwischen. Die Wärmeabschirmung **22** wird in einem Vakuumzustand gehalten. Daher ist das innere Dewargefäß **23** durch die Wärmeabschirmung **22** gegenüber der Außenseite des äußeren Dewargefäßes **21** thermisch perfekt isoliert.

[0028] Die Oberseite des inneren Dewargefäßes **23** ist mit zwei Öffnungen versehen. Die Kühlstange **14** wird in eine der Öffnungen eingesteckt, und die andere der beiden Öffnungen wird zum Einbringen der Kältequelle **16** verwendet.

[0029] Bei dieser Ausführungsform ist die Unterseite des äußeren Dewargefäßes **21** mit einer Evakuierungsöffnung **24** versehen, auf der eine Vakuumhaltekappe **25** angebracht ist. Die Evakuierungsöffnung **24** wird zum Evakuieren der Wärmeabschirmung **22** verwendet. Die Vakuumhaltekappe **25** wird verwendet, um die evakuierte Wärmeabschirmung **22** in einem Hochvakuumzustand zu halten. Wie vorstehend erwähnt, ist das Dewargefäß mit einer Schrau-

be oder Schrauben oder dergleichen abnehmbar an dem Kryo-Probenhalter befestigt.

Ausrichtung der Probe im Gebrauch

[0030] **Fig. 3A** zeigt die Positionsbeziehung zwischen einer Probe und Ladungsteilchen sowie die Positionsbeziehung zwischen dem Kryo-Probenhalter und dem Dewargefäß bei der Bearbeitung der Probe. Andererseits zeigt **Fig. 3B** die Positionsbeziehung zwischen einer Probe und Ladungsteilchen sowie die Positionsbeziehung zwischen dem Kryo-Probenhalter und dem Dewargefäß bei der Untersuchung der Probe. Bei der rechten Ansicht in **Fig. 3A** und **Fig. 3B** ist die Richtung senkrecht zur Blattfläche in der Zeichnung jeweils die Längsrichtung des Kryo-Probenhalters **13**.

[0031] In einem FIB-System zur Herstellung einer Dünnschichtprobe, wie in **Fig. 3A** gezeigt, ist eine Probe **1** parallel zu den Ladungsteilchen **5** (hier ein Ionenstrahl) angeordnet, die durch eine Objektivlinse (nicht gezeigt) abgestrahlt werden, und eine Vorderseite und eine Rückseite bezogen auf eine zu bearbeitende/untersuchende Fläche der Probe **1** werden abwechselnd bearbeitet, um eine Dünnschichtprobe herzustellen, während ein gekühlter Zustand aufrechterhalten wird. Die Wärme von der Kältequelle **16** wird durch die Kühlstange **14**, das flexible Kälteübertragungselement **17**, den Kryo-Probengrundträger **10** und den Kryo-Probensockel **3** zu der Probe **1** weitergeleitet.

[0032] In diesem Fall befindet sich die Kühlstange **14** in einem unverriegelten Zustand. Weil die Kühlstange **14** unverriegelt gehalten wird, auch wenn der Neigungswinkel der Probe **1** geändert wird (nämlich auch wenn die Wärmeabschirmung **18** um die Mittelachse der Kühlstange **14** gedreht wird), würde sich die Kühlstange **14** nicht zusammen mit der Wärmeabschirmung **18** drehen, und das Dewargefäß würde sich nicht zusammen mit dem Dewargefäß-Befestigungsteil **15** drehen. Mit anderen Worten, die Kältequelle **16** in dem Dewargefäß wird unverändert in einem waagerechten Zustand gehalten. Selbst wenn Blasenbildung in der Kältequelle **16** durch eine äußere Ursache oder dergleichen hervorgerufen wird, wird die entstehende Vibration in ihrer Gesamtheit durch das flexible Kälteübertragungselement **17** übertragen und gedämpft. Daher kann eine Verringerung der Genauigkeit der Bearbeitung/Untersuchung effektiv verhindert werden.

[0033] In einem Elektronenmikroskop zur Untersuchung der hergestellten Dünnschichtprobe, wie in **Fig. 3B** gezeigt, ist die Dünnschichtprobe im Wesentlichen senkrecht zu den Ladungsteilchen **6** (hier ein Elektronenstrahl) angeordnet. Die Anordnung der Probe **1** in **Fig. 3B** ist um 90 Grad gegenüber der Richtung geneigt, in der die Probe **1** bei der Her-

stellung der Dünnschichtprobe in **Fig. 3A** ausgerichtet worden ist. Natürlich befindet sich die Kühlstange **14** in einem unverriegelten Zustand. Darüber hinaus wird eine integrale Drehung des Schiebers **19** und der Wärmeabschirmung **18** durch Verformung in der Drehrichtung des flexiblen Kälteübertragungselementes **17** absorbiert. Daher beeinflusst ein Drehen (Kippen) des Schiebers **19** und der Wärmeabschirmung **18** ein Drehen (Kippen) der Kühlstange **14** nicht.

[0034] In dem Elektronenmikroskop wird die Untersuchung mit einer Transmissionswelle oder dergleichen mit der Probe **1** in einem gekühlten Zustand durchgeführt. Ein Signal **7** (zum Beispiel charakteristische Röntgenstrahlen), das von der Probe **1** ausgesendet wird, durchläuft einen Raum **4** (nicht gezeigt) und wird mit einem Detektor effizient erfasst, um für die Beurteilung der Probe genutzt zu werden. Für die Untersuchung hier muss die Probe **1** mit einem kristallinen Aufbau in senkrechter Richtung (von oben nach unten) und in Richtung der Ebene bezogen auf die Blattoberseite der Zeichnung gekippt werden, wie vorstehend erwähnt. Daher kann das Drehen (Kippen) des Schiebers **19** und der Wärmeabschirmung **18** (oder nur der Wärmeabschirmung **18**) mit einem Kippmechanismus für einen Systemtisch durchgeführt werden, der den Kryo-Probenhalter **13** trägt, oder kann manuell durchgeführt werden.

[0035] Natürlich wird bei der Untersuchung auch der Verriegelungsmechanismus **26** in einen entriegelten Zustand gebracht. Dies stellt sicher, dass die Kältequelle **16** in dem inneren Dewargefäß **23** in einem waagerechten Zustand gehalten werden kann, unabhängig von der Bearbeitungs-/Untersuchungsrichtung für die Dünnschichtprobe.

Funktion des Schiebers

[0036] Als Nächstes wird ein Anwendungsbeispiel für den Schieber **19** beschrieben. Der Schieber **19** ist vorgesehen, um eine Beschädigung oder Verunreinigung der Probe während des Transports des Kryo-Probenhalters **13** zwischen Systemen zu vermeiden. Das oben in **Fig. 4** gezeigte Anwendungsbeispiel (a) zeigt die Position des Schiebers **19** bei der Bearbeitung/Untersuchung der Probe, während das unten in **Fig. 4** gezeigte Anwendungsbeispiel (b) die Position des Schiebers **19** während des Transports zeigt. Beim Transport wird der Schieber **19**, der das äußere Rohr bildet, entlang der Oberfläche der Wärmeabschirmung **18**, die das innere Rohr bildet, zur Spitze der Wärmeabschirmung **18** geschoben, um einen geschlossenen Raum zu bilden, wenn seine Endfläche an die Halterspitzenabschirmung **9** stößt.

[0037] **Fig. 5** zeigt den Aufbau einer Spitze des Kryo-Probenhalters **13**. Die Halterspitzenabschirmung **9** ist aus einem beliebigen Material gebildet. Wenn die

Halterspitzenabschirmung **9** durch Verwendung eines Materials mit einer Abschirmleistung (zum Beispiel Gummi) gebildet ist, wird das Evakuieren über eine Evakuierungsöffnung **28** durchgeführt, die in einem Gehäuse der Wärmeabschirmung **18** gebildet ist, wodurch die Probe **1** zwischen den Systemen transportiert werden kann, während die Innenseite des Kryo-Probenhalters **13** im Vakuum gehalten wird. Darüber hinaus kann, wenn die Halterspitzenabschirmung **9** durch Verwendung eines wärmebeständigen Harzmaterials (zum Beispiel Fluorokunststoff) gebildet ist, die Probe **1** durch direktes Eintauchen der Spitze des Kryo-Probenhalters **13** in das Kühlmedium schnell eingefroren werden.

Befestigungskonstruktion
für den Kryo-Probensockel

[0038] Hier wird anhand von **Fig. 6A** und **Fig. 6B** eine Konstruktion zum Befestigen des Kryo-Probensockels **3** an dem Kryo-Probenhalter **13** beschrieben. **Fig. 6A** zeigt die Befestigungskonstruktion auf der Rückseite bezogen auf eine Befestigungsfläche des Kryo-Probensockels **3**, und **Fig. 6B** zeigt die Konfiguration aus der Sicht von der Seite der Befestigungsfläche des Kryo-Probensockels **3**. In dieser Ausführungsform wird eine Konstruktion verwendet, bei der der Kryo-Probensockel **3** durch den Kryo-Probengrundträger **10** und einen Kryo-Probensockeldrücker **29** von beiden Seiten eingespannt ist und mit den Befestigungsschrauben **27** an Ort und Stelle befestigt ist.

[0039] Ein gerader Schlitz in dem Kopf der Befestigungsschraube **27** ist so ausgebildet, dass er sich nicht bis zu entgegengesetzten Endkanten des Schraubenkopfes erstreckt, sondern besteht aus einem Schlitz, der so ausgebildet ist, wie in **Fig. 6A** gezeigt, dass seine beiden Enden sich klar im Inneren des Umkreises des Schraubenkopfes befinden und seine beiden Endabschnitte rechteckig oder halbrund geformt sind. Die Verwendung dieser Schlitzform stellt sicher, dass die Klinge eines Schlitzschraubendrehers beim Befestigen oder Abnehmen des Kryo-Probensockels **3** weniger leicht von dem Schlitz abrutschen kann.

[0040] Darüber hinaus ist, wie in **Fig. 6B** gezeigt, der Kryo-Probengrundträger **10** mit vier Konusspitzen **30** befestigt, die von beiden Seiten der Arme an der Wärmeabschirmung **18** vorstehen, um sicherzustellen, dass die von der Kältequelle **16** durch die Kühlstange **14** und das flexible Kälteübertragungselement **17** weitergeleitete Wärme zuverlässig auf die Probe **1** übertragen wird.

Dewargefäß

[0041] **Fig. 7** zeigt einen Schnittaufbau des Dewargefäßes. Das abnehmbar an dem Kryo-Probenhal-

ter **13** befestigte Dewargefäß besteht aus dem zylindrischen inneren Dewargefäß **23**, das die Kältequelle (zum Beispiel flüssigen Stickstoff) **16** enthält, und dem zylindrischen äußeren Dewargefäß **21**, das das innere Dewargefäß **23** aufnimmt, mit der Wärmeabschirmung **22** dazwischen.

[0042] Die Oberseite des inneren Dewargefäßes **23** ist mit zwei Öffnungen versehen, und zylindrische Rohre sind so angebracht, dass sie von den beiden Öffnungen nach oben verlaufen. Die Enden auf einer Seite der beiden Rohre sind jeweils mit Öffnungen derselben Form verbunden, die in dem äußeren Dewargefäß **21** gebildet sind. Diese Verbindung stellt sicher, dass ein durch das innere Dewargefäß **23** und das äußere Dewargefäß **21** definierter Raum die Wärmeabschirmung **22** bildet. Eine der beiden Öffnungen wird als eine Kühlstangeneinstecköffnung **31a** verwendet, in die die Kühlstange **14** eingesteckt wird, und die andere wird als eine Kältequelleneinführungsöffnung **31b** zum Einbringen der Kältequelle **16** verwendet. Die Bezeichnungen der Kühlstangeneinstecköffnung **31a** und der Kältequelleneinführungsöffnung **31b** sind lediglich zweckmäßig gewählte Bezeichnungen, so dass jede der beiden Öffnungen zum Einstecken der Kühlstange **14** und die andere zum Einbringen der Kältequelle **16** verwendet werden kann.

[0043] Darüber hinaus ist die Unterseite des äußeren Dewargefäßes **21** mit der Evakuierungsöffnung **24** versehen, und die Vakuumhaltekappe **25** ist auf der Evakuierungsöffnung **24** angebracht. Die Evakuierungsöffnung **24** wird zum Evakuieren der Wärmeabschirmung **22** verwendet. Die Vakuumhaltekappe **25** wird verwendet, um die evakuierte Wärmeabschirmung **22** in einem Hochvakuumzustand zu halten.

Zusammenfassung

[0044] Wie vorstehend beschrieben, stellt die Verwendung des Kryo-Probenhalters **13** sicher, dass die Ausrichtung des an dem Dewargefäß-Befestigungsteil **15** des Kryo-Probenhalters **13** befestigten Dewargefäßes jederzeit in Richtung der Schwerkraft gehalten werden kann, auch wenn die Ausrichtung (Neigung) der Probe für die Bearbeitung oder Untersuchung geändert wird. Daher würde bei Verwendung des Kryo-Probenhalters **13** keine Blasenbildung von flüssigem Stickstoff, flüssigem Helium oder dergleichen, das als die Kältequelle **16** verwendet wird, auftreten, auch nicht bei einer Änderung der Ausrichtung (Neigung) der Probe. Folglich wird die Weiterleitung von durch Blasenbildung verursachten Vibratiorien an die Probe **1** verhindert, so dass die Genauigkeit der Untersuchung und Bearbeitung verbessert werden kann.

[0045] Natürlich wird die Temperatur der Kältequelle **16** mittels der Kühlstange **14**, des flexiblen Käl-

teübertragungselement **17**, des Kryo-Probengrundträgers **10** und des Kryo-Probensockels **3** auf die Probe **1** übertragen. Daher kann auch die Untersuchung/Bearbeitung bei gleichzeitiger Kühlung der Probe **1** durchgeführt werden. Das flexible Kälteübertragungselement **17** weist eine ausgezeichnete Wärmeleitfähigkeit auf, weshalb durch dieses eine ausreichende Menge Wärme auf die Probe **1** übertragen werden kann.

[0046] Die vorstehend genannten technischen Wirkungen werden realisiert, weil der Kryo-Probenhalter **13** die folgenden charakteristischen Merkmale aufweist.

[0047] Die Merkmale sind:

- (1) Die Probe **1** und der Kryo-Probengrundträger **10**, auf dem der Kryo-Probensockel **3** befestigt wird, sind mittels der Kühlstange **14**, die mindestens in Drehrichtung verformbar ist, miteinander verbunden, und die Probe **1** kann unabhängig von der Kühlstange **14** gedreht (gekippt) werden.
- (2) Die Kühlstange **14** ist nicht an der Wärmeabschirmung **18**, die das innere Rohr bildet, oder an dem Dewargefäß-Befestigungsteil **15** befestigt.

[0048] Darüber hinaus ist das Dewargefäß nach der vorliegenden Ausführungsform an dem Kryo-Probenhalter **13** (genau genommen dem Dewargefäß-Befestigungsteil **15**) anbringbar bzw. von diesem abnehmbar. Wenn es nicht nötig ist, die Probe **1** zu kühlen, kann daher das Dewargefäß von dem Kryo-Probenhalter **13** abgenommen werden. Außerdem ist bei dem Dewargefäß nach der vorliegenden Ausführungsform das äußere Dewargefäß **21**, das das äußere Rohr bildet, mit der Vakuumhaltekappe **25** versehen, die sicherstellt, dass wenn für jede Untersuchung oder Bearbeitung ein Evakuieren erfolgt, die Untersuchung und Bearbeitung jederzeit unter einem hohen Vakuumgrad durchgeführt werden können. Dies macht es möglich, die Temperatur der Kältequelle für eine lange Zeit aufrechtzuerhalten und einen kontinuierlichen Betrieb über lange Zeit durchzuführen. Außerdem kann, weil auf diese Weise ein kontinuierlicher Betrieb möglich ist, die für die Bearbeitung und Untersuchung nötige Gesamtbetriebszeit deutlich verkürzt werden. Folglich kann eine rasche Entwicklung der Materialanalyse und -forschung realisiert werden. Insbesondere kann eine Vielzahl von Anwendungen auf dem Gebiet der Materialanalyse und -forschung unter Nutzung der Anisotropie erwartet werden.

Bezugszeichenliste

1 ... Probe, 2 ... Bearbeitungs-/Untersuchungsbereich, 3 ... Kryo-Probensockel, 4 ... Raum, 5 ... La-

dungsteilchen, 6 ... Ladungsteilchen, 7 ... Signal, 8 ... Halterspitzenabschirmhalterung, 9 ... Halterspitzenabschirmung, 10 ... Kryo-Probengrundträger, 11 ... Halteraufnahmeteil, 12 ... O-Ring, 13 ... Kryo-Probenhalter, 14 ... Kühlstange (zweites Wärmeleitelement), 15 ... Dewargefäß-Befestigungsteil, 16 ... Kältequelle, 17 ... Flexibles Kälteübertragungselement (erstes Wärmeleitelement), 18 ... Wärmeabschirmung (erstes schlauchförmiges Element), 19 ... Schieber (zweites schlauchförmiges Element), 20 ... O-Ring, 21 ... Äußeres Dewargefäß, 22 ... Wärmeabschirmung, 23 ... Inneres Dewargefäß, 24 ... Evakuierungsöffnung, 25 ... Vakuumhaltekappe, 26 ... Verriegelungsmechanismus, 27 ... Befestigungsschraube, 28 ... Evakuierungsöffnung, 29 ... Kryo-Probensockeldrücker, 30 ... Konusspitze, 31a ... Kühlstangeneinstecköffnung, 31b ... Kältequellen-einführungsöffnung.

Patentansprüche

1. Kryo-Probenhalter, aufweisend:
einen Kryo-Probengrundträger (10), an dem ein Kryo-Probensockel (3) befestigt wird, der eine Probe trägt, die mit Ladungsteilchen bearbeitet oder untersucht werden soll,
ein erstes Wärmeleitelement (17), das von einer Kältequelle übertragene Wärme an den Kryo-Probengrundträger überträgt, wobei das erste Wärmeleitelement entsprechend einer Änderung der Ausrichtung der Probe verformt wird,
ein zweites Wärmeleitelement (14), das Wärme von der Kältequelle an das erste Wärmeleitelement überträgt,
ein erstes schlauchförmiges Element (18), dessen Spitze an dem Kryo-Probengrundträger befestigt ist, wobei das erste schlauchförmige Element die ersten und zweiten Wärmelelemente so aufnimmt, dass die ersten und zweiten Wärmelelemente in einem Innenraum des ersten schlauchförmigen Elements beweglich sind, und
ein Dewargefäß-Befestigungsteil (15), an dem das erste schlauchförmige Element drehbar befestigt ist und an dem ein Dewargefäß, das die Kältequelle enthält, abnehmbar befestigt ist.

2. Kryo-Probenhalter nach Anspruch 1, aufweisend:
ein zweites schlauchförmiges Element (19), das das erste schlauchförmige Element in seinem Inneren aufnimmt, und
eine Halterspitzenabschirmung (9), die an einer Spitze des ersten schlauchförmigen Elements angeordnet ist, wobei die Halterspitzenabschirmung einen geschlossenen Raum definiert, indem sie Kontakt mit einer spitzenseitigen Endfläche des zweiten schlauchförmigen Elements herstellt, das entlang einer Außenfläche des ersten schlauchförmigen Elements zur Spitze des ersten schlauchförmigen Elements geschoben wird.

3. Kryo-Probenhalter nach Anspruch 2, wobei das erste schlauchförmige Element mit einer Evakuierungsöffnung (24) versehen ist, die verwendet wird, wenn der geschlossene Raum evakuiert wird.

4. Kryo-Probenhalter nach Anspruch 2, wobei die Halterspitzenabschirmung eine Vakuum-Dichtpackung ist.

5. Kryo-Probenhalter nach Anspruch 2, wobei die Halterspitzenabschirmung ein Element aus einem wärmebeständigen Harz ist.

6. Kryo-Probenhalter nach Anspruch 1, wobei der Kryo-Probensockel an dem Kryo-Probengrundträger mit einer Befestigungsschraube befestigt ist, die einen minusförmigen Schlitz im Schraubenkopf aufweist und keines der entgegengesetzten Enden des Schlitzes eine Endkante des Schraubenkopfes erreicht.

7. Kryo-Probenhalter nach Anspruch 1, wobei der Kryo-Probengrundträger durch Punktkontakt an dem ersten schlauchförmigen Element befestigt ist.

8. Dewargefäß, aufweisend:
ein inneres Dewargefäß (23) mit mindestens einer Öffnung, in die ein Ende des zweiten Wärmeleitelements eingesteckt wird, das den Kryo-Probenhalter nach Anspruch 1 bildet, wobei das innere Dewargefäß in seinem Innenraum eine Kältequelle (16) enthält, die von der Außenseite eingebracht wird,
ein äußeres Dewargefäß (21), eingerichtet zum Vakuumisolieren des inneren Dewargefäßes, und
eine Vakuumhaltekappe (25), die an einer Evakuierungsöffnung angebracht ist, die in einem Teil des äußeren Dewargefäßes gebildet ist, wobei die Vakuumhaltekappe einen geschlossenen Raum zur Vakuumisolierung in einem Vakuumzustand hält.

9. Dewargefäß nach Anspruch 8, wobei das innere Dewargefäß, getrennt von der Öffnung, in die das eine Ende des zweiten Wärmeleitelements eingesteckt wird, mit einer Öffnung ausschließlich zum Einbringen der Kältequelle versehen ist.

Es folgen 7 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

FIG. 1A

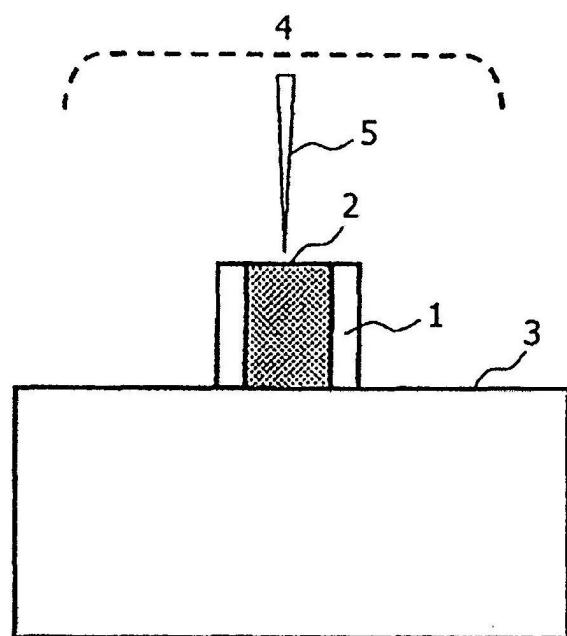


FIG. 1B

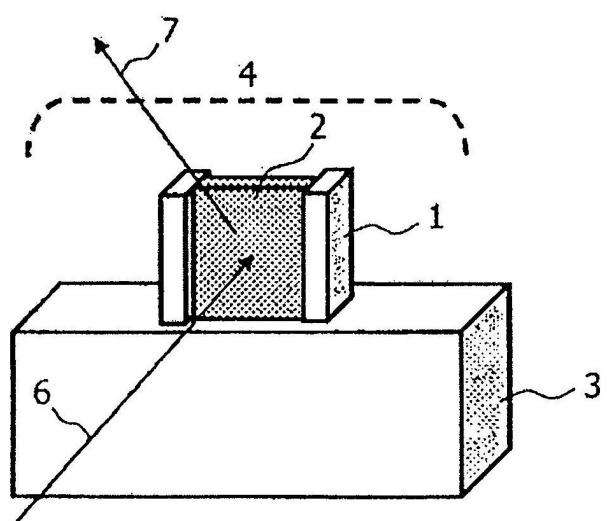


FIG. 2

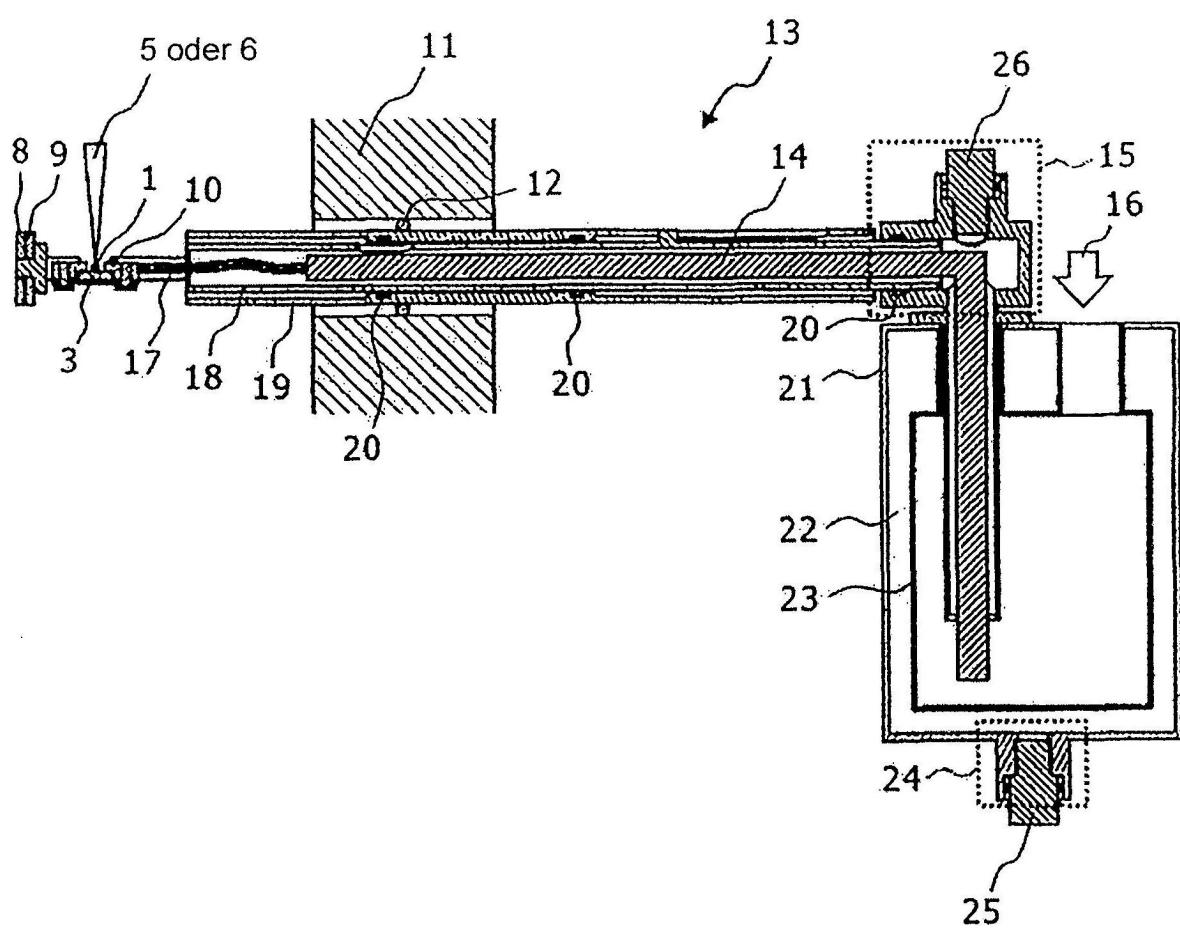


FIG. 3A

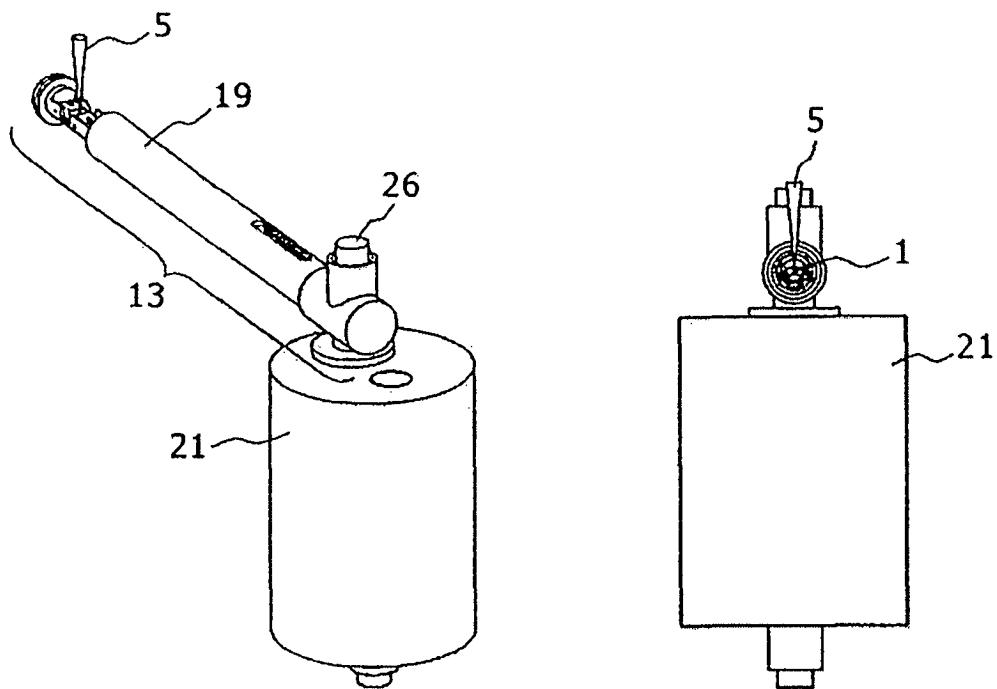


FIG. 3B

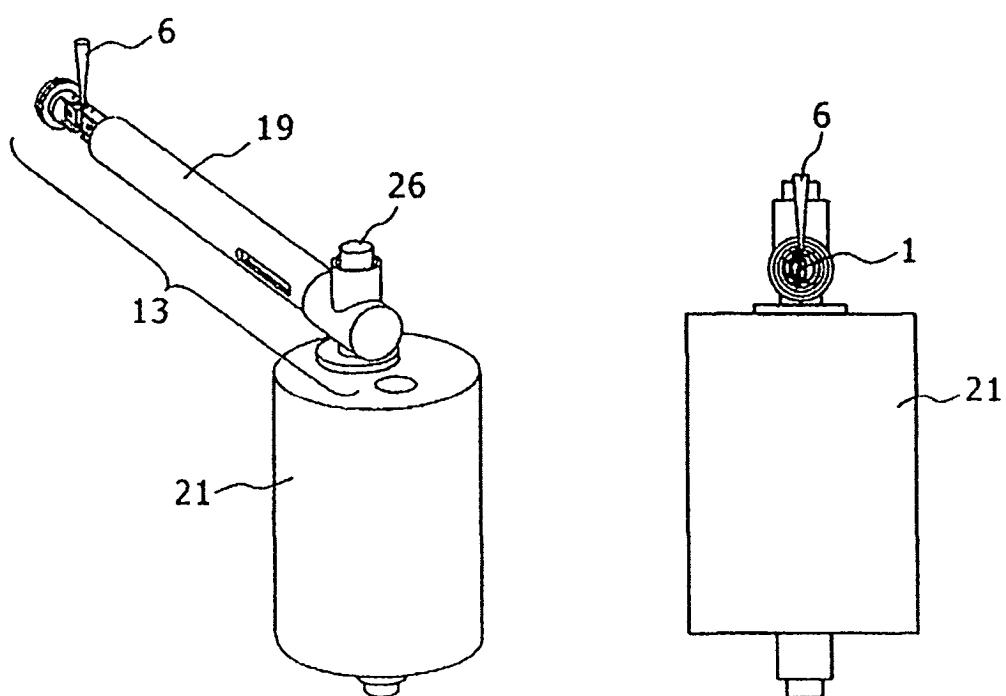
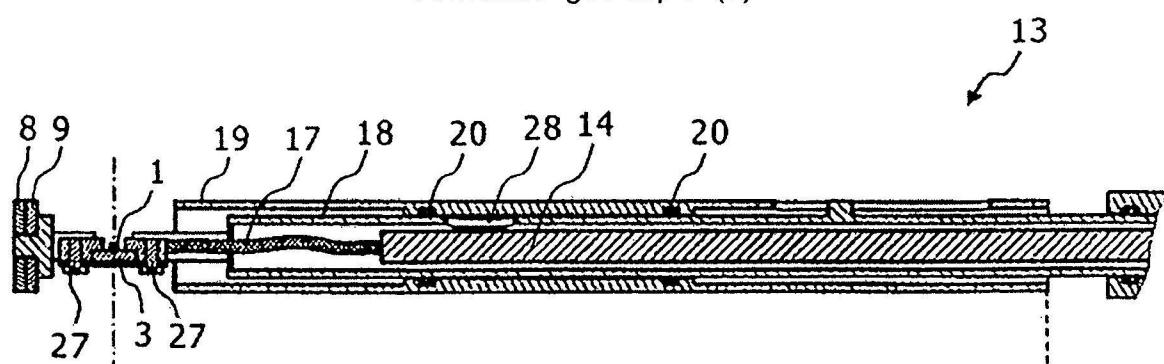


FIG. 4

Anwendungsbeispiel (a)



Anwendungsbeispiel (b)

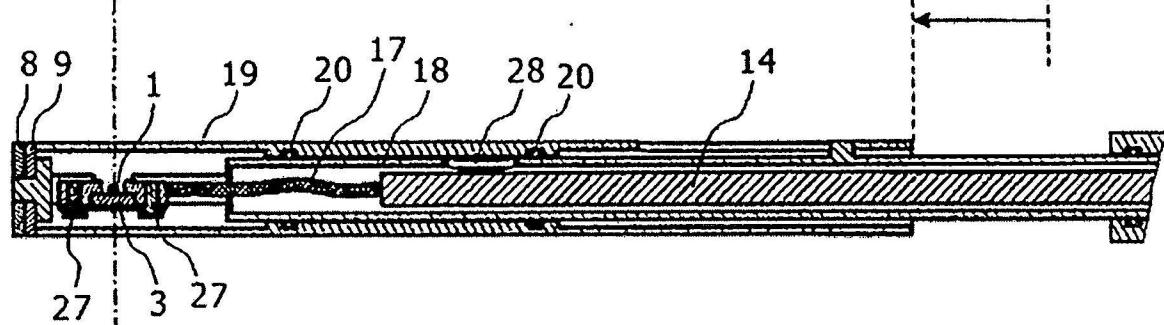


FIG. 5

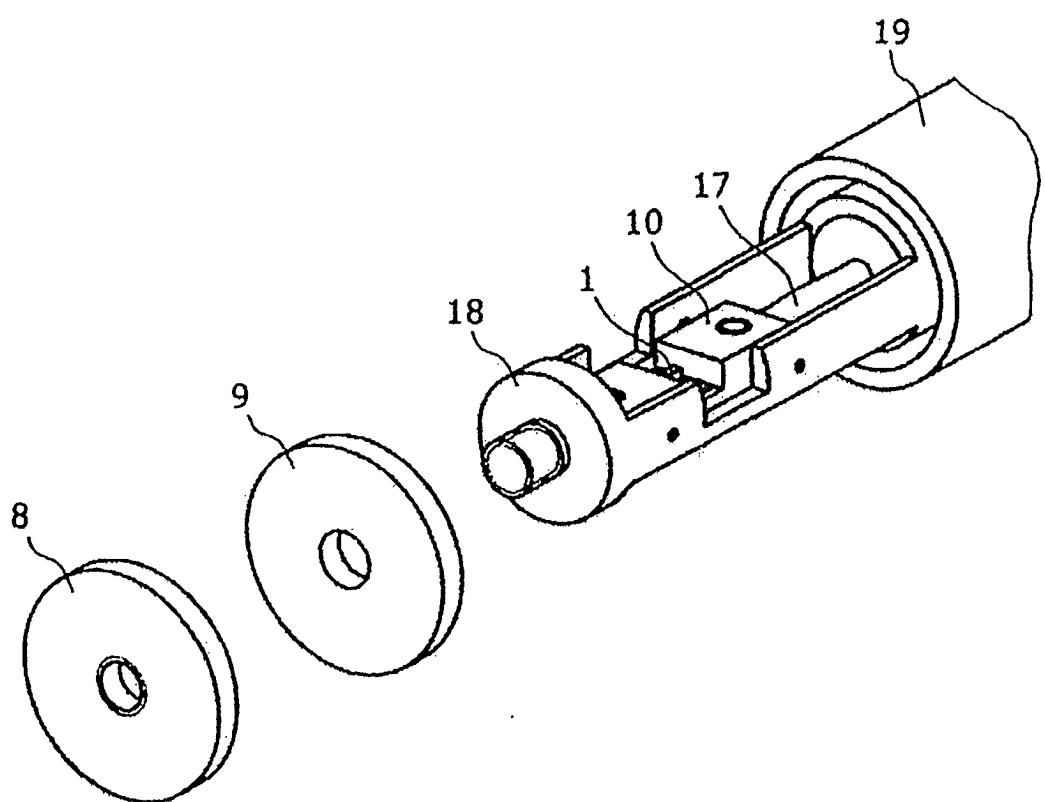


FIG. 6A

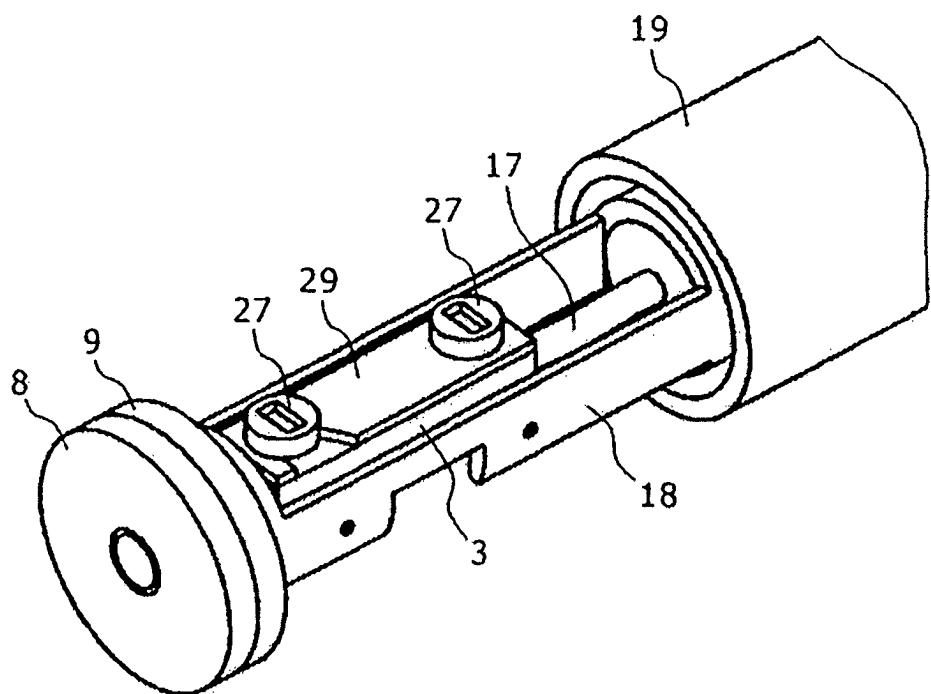


FIG. 6B

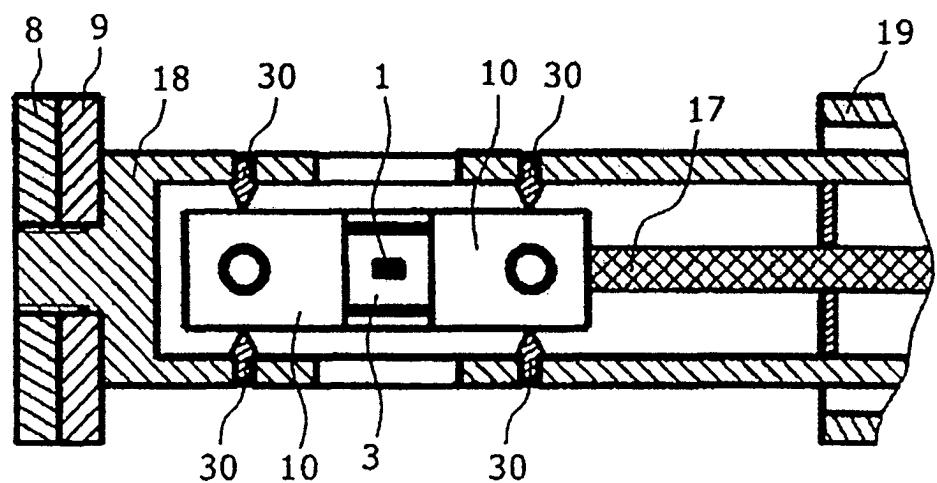


FIG. 7

