

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2016年9月29日(29.09.2016)



(10) 国際公開番号
WO 2016/151786 A1

- (51) 国際特許分類:
H01J 37/244 (2006.01) H01J 37/28 (2006.01)
H01J 37/14 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2015/059019
- (22) 国際出願日: 2015年3月25日(25.03.2015)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (71) 出願人: 株式会社 日立ハイテクノロジーズ
(HITACHI HIGH-TECHNOLOGIES CORPORATION) [JP/JP]; 〒1058717 東京都港区西新橋一丁目24番14号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 高田 哲(TAKADA Satoshi); 〒1058717 東京都港区西新橋一丁目24番14号 株式会社日立ハイテクノロジーズ内 Tokyo (JP). 鈴木 直正(SUZUKI Naomasa); 〒1058717 東京都港区西新橋一丁目24番14号 株式会社日立ハイテクノロジーズ内 Tokyo (JP). 青木 一雄(AOKI Kazuo); 〒1058717 東京都港区西新橋一丁目24番14号 株式会社日立ハイテクノロジーズ内 Tokyo (JP). 今野 武彦(KONNO Takehiko); 〒1058717 東京都港区西新橋一丁目24番14号 株式会社日立ハイテクノロジーズ内 Tokyo (JP). 星野 隼之(HOSHINO Takayuki); 〒1058717

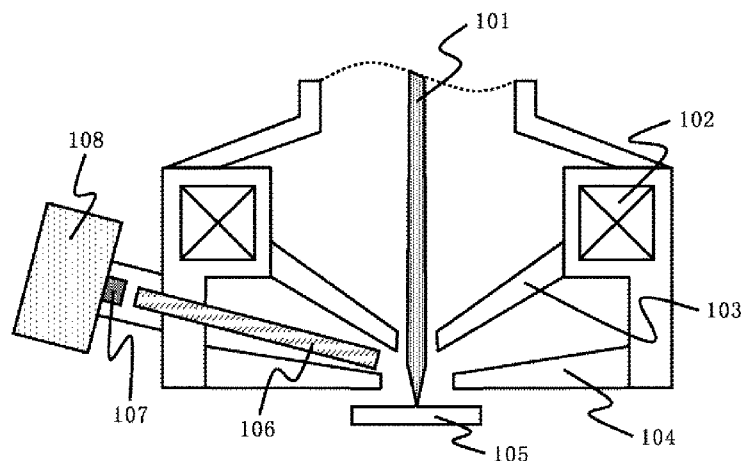
東京都港区西新橋一丁目24番14号 株式会社日立ハイテクノロジーズ内 Tokyo (JP).

- (74) 代理人: 井上 学, 外(INOUE Manabu et al.); 〒1008220 東京都千代田区丸の内一丁目6番1号 株式会社日立製作所内 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーロピア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ユーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

[続葉有]

(54) Title: ELECTRON MICROSCOPE

(54) 発明の名称: 電子顕微鏡



(57) Abstract: The objective of the present invention is to simultaneously achieve image observations at a high resolution using an electron microscope, and X-ray analysis at a high energy-resolution using a microcalorimeter. An X-ray detector (107) is disposed at a position where the intensity of the magnetic field from an objective lens (102) is weaker than the critical magnetic field of a material used in a thermal insulation shield for a superconducting transition-edge sensor or a microcalorimeter. In addition, an optical system (106) for transmitting X-rays to the detector (107) is inserted between a sample (105) and the detector (107). Alternatively, a magnetic field shield for shielding the X-ray detector (107) is used.

(57) 要約:

[続葉有]

WO 2016/151786 A1



添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

電子顕微鏡による高分解能の画像観察と、マイクロカロリメータによる高エネルギー分解能の X 線分析を両立することを目的とする。対物レンズ (102) の磁場強度が超電導転移端センサまたはマイクロカロリメータの熱絶縁シールドに用いられる材料の臨界磁場未満となる位置に、X 線検出器 (107) を配置する。さらに、試料 (105) と検出器 (107) 間に X 線を検出器 (107) まで伝達する光学系 (106) を挿入する。または、X 線検出器 (107) をシールドする磁場シールドを用いる。

明 細 書

発明の名称：電子顕微鏡

技術分野

[0001] 本発明は試料に電子線を照射して試料の観察を行う電子顕微鏡、及び電子線の照射によって発生するX線を用いた元素分析装置に関する。

背景技術

[0002] 電子顕微鏡にて試料に電子を照射した際に発生する特性X線を検出して、試料の元素分析を行う手法がある。元素分析手法として、例えばエネルギー分散型X線分光（EDS：Energy Dispersive X-ray Spectrometry）が広く知られている。EDSでは、シリコンやゲルマニウム等の半導体結晶からなる検出素子を用いてX線を検出する方法が広く利用されている。

[0003] 近年、半導体検出素子に代えて、半導体検出素子より高いエネルギー分解能を持つ、超伝導転移端センサ（TES：Transition Edge Sensor）を検出素子を用いたマイクロカロリメータ（TES型EDSとも呼ばれる）が利用されるようになってきた。TESでは、X線入射時に入射エネルギーに比例した急峻な抵抗変化が発生し、この抵抗値変化を回路の電流変化として読み取ることで、X線を検出する。この電流変化を検出する方法には、極低温中に設置された超電導量子干渉素子（SQUID：Superconducting Quantum Interference Device）を用いる方法が知られている（例えば特許文献1参照）。

[0004] また、超伝導X線分析装置において、極低温の検出器を冷凍機本体から引き出すことなくX線を効率よく検出するために、試料と検出素子の間にX線用レンズを配置する技術が知られている（例えば特許文献2参照）。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開2007-194292号公報

特許文献2：特開2005-257349号公報（米国特許出願公開第2006/0104419号明細書）

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] 電子顕微鏡では対物レンズとして電磁レンズを使用することが一般的であり、この場合試料上に電子線を集束させるため試料近傍は強磁場が浸透した状態となる。一方、電子顕微鏡にてEDSを行う場合、X線収率の観点から検出素子を電子線照射位置に近づけることが望ましい。しかしながら、このEDSにSQUID方式の電流検知回路を用いたマイクロカロリメータを使用する場合、対物レンズ磁場によって強い直流バイアスが生じ、電流検知回路が飽和してしまう課題を本発明者らは見出した。SQUIDは微小磁場の検出に適した素子であり、マイクロカロリメータの微小な抵抗値変化は、強磁場のバイアス下では検出が困難となる。つまり、SQUID方式のマイクロカロリメータは周辺磁場の影響を非常に受けやすいため、高分解能で試料を観察するために試料近傍に強い磁場を形成する電子顕微鏡にそのまま適用することは困難であることが分かった。

[0007] SQUID方式のマイクロカロリメータにおける電流検知回路の飽和を避ける為には、対物レンズ磁場を避ける為に試料と検出素子（SQUID）の距離を離す方法が考えられる。しかしながらこの場合X線収率が低下し、元素分析性能の低下が不可避となってしまう。特許文献2にはマイクロカロリメータを使用した電子顕微鏡にて、試料と検出素子との間にX線レンズを配置する技術が開示されているが、特許文献2の装置はX線分析専用の装置であり対物レンズのように試料近傍に強磁場を形成する部品は存在しないため、当然ながら磁場の影響を受けないような検出素子の配置に関しては全く考慮されていない。

[0008] 本発明は、以上のような対物レンズの磁場の影響を回避し、電子顕微鏡にてマイクロカロリメータを使用する為の技術を提供することを目的とする。言い換えれば、本発明は、電子顕微鏡による高分解能の画像観察と、マイクロカロリメータによる高エネルギー分解能のX線分析を両立することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0009] 上記課題を解決するために、本発明では、X線検出器は、対物レンズが形成する磁場強度が所定の磁場強度未満となる空間に配置する。より具体的には、対物レンズの磁場強度が超電導転移端センサまたはマイクロカロリメータの熱絶縁シールドに用いられる材料の臨界磁場未満となる位置に、X線検出器を配置する。さらに、試料と検出器間にX線を検出器まで伝達する光学系を挿入してもよい。またはX線検出器をシールドする磁場シールドを用いてもよい。

発明の効果

[0010] 本発明によれば、X線収率の低下を避けながら磁場影響を回避することが可能となり、試料近傍の磁場強度が強い電子顕微鏡においてもマイクロカロリメータを使用した元素分析が可能となる。これにより、電子顕微鏡による高分解能の画像観察と、マイクロカロリメータによる高エネルギー分解能のX線分析を両立することができる。

[0011] 上記した以外の課題、構成及び効果は、以下の実施形態の説明により明らかにされる。

図面の簡単な説明

[0012] [図1-1]実施例1の電子顕微鏡およびマイクロカロリメータの構成を示した説明図である。

[図1-2]マイクロカロリメータの検出器および冷凍機の構成の説明図。

[図2-1]実施例1の電子顕微鏡の対物レンズにて、マイクロカロリメータの検出器周辺に生じる磁場の分布を示した模式図である。

[図2-2]実施例1のマイクロカロリメータの検出器をスナウト形状とした場合の、検出器と磁場分布の関係を示した説明図である。

[図3]実施例2の検出器と磁場分布の関係を示した説明図である。

[図4-1]実施例3の電子顕微鏡およびマイクロカロリメータの構成を示した説明図である。

[図4-2]実施例3の電子顕微鏡の対物レンズにて、マイクロカロリメータの検

出器周辺に生じる磁場の分布を示した模式図である。

[図5-1]実施例4における電子顕微鏡およびマイクロカロリメータの構成を示した説明図である。

[図5-2]実施例4の電子顕微鏡の対物レンズにて、マイクロカロリメータの検出器周辺に生じる磁場の分布を示した模式図である。

発明を実施するための形態

[0013] 以下、図面を参照し、本発明の実施例について詳細に説明する。

[0014] 以下、電子顕微鏡の一例として走査型電子顕微鏡を用いた例を説明するが、これは本発明の単なる一例であって、本発明は以下説明する実施の形態に限定されるものではない。本発明において電子顕微鏡とは電子線を用いて試料の画像を撮像する装置を広く含むものとする。例えば、汎用の走査型電子顕微鏡や、走査型電子顕微鏡を備えた試料加工装置や試料解析装置にも適用可能である。また、電子顕微鏡を用いたX線分析システムの一例として、走査型電子顕微鏡を用いた検査装置、レビュー装置、パターン計測装置が挙げられる。また、以下で電子顕微鏡を用いたX線分析システムとは、上記の電子顕微鏡を含む各装置がネットワークで接続されたシステムや上記の各装置が複合された装置も含むものとする。

[0015] なお、以下本明細書において、「試料」とは、観察および分析対象となる物体を広く含むものとする。例えば、シリコンなどで形成された半導体ウェハ、リチウム電池などの高機能材料、生体試料なども含まれる。

実施例 1

[0016] 以下、第1の実施例について説明する。図1-1に本実施例における電子顕微鏡およびマイクロカロリメータの構成を示す。図示省略の電子源にて発生した電子線101は、電子光学系により偏向および集束され試料上に照射される。より具体的には、試料上を走査するように走査偏向器（図示省略）によって偏向され、対物レンズ102が形成する磁場により集束され、試料105上へ照射される。電子光学系には、上記の走査偏向器、対物レンズが含まれるが、これ以外に他のレンズやアライナ、電極、検出器を含んでもよ

い。

[0017] 電子顕微鏡には、このほかにも各部分の動作を制御する制御部や、検出器から出力される信号に基づいて画像を生成する画像生成部が含まれている（図示省略）。制御部や画像生成部は、専用の回路基板によってハードウェアとして構成されていてもよいし、電子顕微鏡に接続されたコンピュータで実行されるソフトウェアによって構成されてもよい。ハードウェアにより構成する場合には、処理を実行する複数の演算器を配線基板上、または半導体チップまたはパッケージ内に集積することにより実現できる。ソフトウェアにより構成する場合には、コンピュータに高速な汎用CPUを搭載して、所望の演算処理を実行するプログラムを実行することで実現できる。このプログラムが記録された記録媒体により、既存の装置をアップグレードすることも可能である。また、これらの装置や回路、コンピュータ間は有線又は無線のネットワークで接続され、適宜データが送受信される。

[0018] 試料105に電子線101が照射されると、試料から二次電子、反射電子などの二次粒子が放出される。この二次粒子を二次粒子検出器（図示省略）によって検出する。コンピュータまたは画像処理基板からなる画像処理部は、検出器からの信号を試料上の電子線の照射点と対応づけることで、試料の画像を形成する。試料の画像はコンピュータに接続されたディスプレイに表示されてもよいし、デジタルデータとしてハードディスクやメモリなどの記憶装置に出力されてもよい。

[0019] また、電子線101が試料105に照射されると、試料105表面が励起され、励起された元素固有の特性X線が生じる。特性X線は、X線光学系106を通してマイクロカロリメータの検出器107へ照射される。言い換えれば、X線光学系106は対物レンズ102の磁路の先端から遠ざかるように、試料から発生するX線を検出器107まで伝達する。検出器107は、以下に説明する通り、試料から発生するX線を検出しエネルギー分光を行う。なお、図1-1および以下の説明では、X線光学系とマイクロカロリメータの検出器の間に空間を設けたが、これは接触して固定されていても良い。

X線光学系と検出器を物理的に固定することで、X線光学系から放出されるX線の集光位置アライメントが不要となる点で優位である。また、図1-1及び以下の説明では、マイクロカロリメータの検出器を対物レンズ外部に配置した例を示したが、マイクロカロリメータの熱絶縁シールドの臨界磁場以下となる位置であれば、検出器は対物レンズ内に配置されても良い。検出器をマイクロカロリメータの熱絶縁シールドの臨界磁場以下となる位置に設置できる場合は対物レンズ内であっても直接検出器を配置することができる。一方で、対物レンズ内に臨界磁場以下となる領域がない場合であっても、後述する図3のように、磁場シールドを設けることで検出器周辺の磁場強度が抑制できる。

[0020] 次に、図1-2を用いて、マイクロカロリメータの検出器107および冷凍機108の構成について説明する。検出器107のハウジング111内にTES112、ヒートシンク113、電源114、インダクタ115、SQUID116などが設けられている。冷凍機108はTES112を超伝導状態となる極低温まで冷却する。X線がTES112に入射すると、X線の波長に応じた熱量が生じTES112は急峻な抵抗値変化を起こす。TES112には電源114とインダクタ115が接続され、回路を構成している。TES112の抵抗値が変化すると回路に流れる電流値が変化し、この変化をインダクタ115で生じる磁場の微小変化としてSQUID116にて検知する。SQUID回路はアナライザ117へ接続されている。アナライザ117は、SQUID116で検出した電流値を用いてTES112へ入射した特性X線の波長を逆演算にて求め試料の元素同定を行う。なお、TES112が温度上昇した後、次の測定が可能となるためには再度超伝導状態まで冷却される必要があることから、ヒートシンク113にて熱放出を促進し、冷却時間の短縮が図られている。また、ハウジング111は銅などの熱伝導性の良い金属で構成され、冷凍機108と接続され検出器107内（ハウジング111内）を超伝導状態に保っている。ハウジング111外には、ハウジング111を蓋うように、熱絶縁シールド118が設けられ、検出器内を外部と熱的に遮断している。熱絶縁シールドはTES11

2へX線が入射できるよう前方に開口部が設けられ、内部の真空を保つためにウィンドウ119が配置されている。

[0021] 本実施例において、検出器107は、対物レンズが形成する磁場から十分離れた位置に配置される。十分離れた位置とは、磁場強度が所定の磁場強度未満となる位置である。より具体的には、例えば、磁場強度がTESの超電導状態が破壊される臨界磁場強度未満である位置である。また、マイクロカロリメータはTES使用に適した超伝導状態を得るため、熱絶縁シールドを有し、このシールド材料には超伝導体（例えばニオブ）が用いられている。この場合には磁場強度が熱絶縁シールドの超電導状態が破壊される臨界磁場強度未満である位置であってもよい。なぜならば、超伝導体は一般にマイスナー効果により磁場を排除する為、熱絶縁シールドの超伝導状態が破壊される臨界磁場未満の磁場強度を維持できれば、マイクロカロリメータの検出器内部へ磁場が浸透することはないからである。なお、電子顕微鏡開発において、磁場プロファイルの計算は電磁レンズ形状の検討に不可欠であり、マイクロカロリメータの配置とTESに印加される磁場強度の関係は本計算結果を用いることで求めることができる。

[0022] SQUIDを用いた回路によって電流量の変化として検知されたSQUID信号は図示省略のアナライザへ伝達され、これに基づいて特性X線のエネルギーが計算される。特性X線は元素固有のエネルギーピークを有するため、エネルギーとX線光子の個数をプロットしたスペクトルとして集計することで、試料105の電子線101の照射位置にどのような元素が存在しているのかを分析することが可能となる。スペクトルなどの元素分析結果は、アナライザに接続されたディスプレイに表示されてもよいし、デジタルデータとしてハードディスクやメモリなどの記憶装置に出力されてもよい。アナライザは例えばハードウェア基板であってもよいし、コンピュータ上のプログラムで実現されてもよい。

[0023] 対物レンズ102で発生した磁力線は上部磁極103と下部磁極104を通過して、試料105近傍に放出され、電磁レンズを形成する。本実施例では

、X線光学系106は上部磁極103と下部磁極104の間を通るように挿入される。図示しないが、X線光学系106の試料側の先端にはX線が入射するための受光部を有している。受光部は窓または開口であってもよい。X線光学系106は、試料からのX線が入射する受光部と試料近傍のX線を検出器107まで伝達する手段とを有する部品またはそのような部品の組み合わせであればよい。例えば、X線光学系106には、極めて平滑な内壁を有するガラス細管を束ねたポリキャピラリレンズを用いることができる。ポリキャピラリレンズへ入射したX線は、ガラス細管内を通りマイクロカロリメータの検出器107へ伝達される。X線の屈折率は1よりわずかに小さい程度であるため、ポリキャピラリ内壁に対して低角度で入射したX線は全反射を起こし、強度を失うことなく伝達可能である。なお、ポリキャピラリレンズは全反射を起こす臨界角はX線のエネルギーに依存するが数度～10度程度と広く、幅広いエネルギー帯を同一の光学系で収束できる点で好ましい。また、X線光学系にはポリキャピラリレンズを用いる例を示したが、石英板に微小な溝を同心円状に設け、回折を利用してX線を収束させるゾーンプレートや、全反射ミラーを複数組み合わせるX線光学系を構成してもよい。

[0024] 次に、図2-1を用いて対物レンズ磁場とそのマイクロカロリメータへの影響について説明し、上述したX線光学系を配置することの優位点を明らかとする。図2-1は上部磁極103と下部磁極104の間の磁場強度分布を示した模式図である。上記の通り、対物レンズ102で発生した磁力線は上部磁極103と下部磁極104を通して試料105近傍へ放出される。従って上部磁極103、下部磁極104とも試料105側先端に近づくほど磁場強度は高い。図2-1では上部磁極103と下部磁極104に沿うように磁場の等高線201が紙面の上下方向に結ばれ、磁極先端から後退するほど磁場強度が低くなる様子が示されている。

[0025] 図2-2は、マイクロカロリメータの検出器107を細長く延長したスナウト形状とし、TESやSQUIDを試料105へ近づけるように配置した例である。図2-2は本実施例との比較参考例として示している。図1の場合と同様

、スナウト型検出器 202 は冷凍機 108 にて冷却されている。X線光学系 106 を用いない場合、X線収率を補うために検出器はできるだけ試料 105 へ近づくように配置すべきであるが、同時に検出器は対物レンズ 102 の強い磁場の影響を受け、SQUIDへ強い直流バイアスが生じてTESの抵抗値変化による微小磁場変化の検知が困難となってしまう。本実施例で示した通り、マイクロカロリメータを磁極先端部から十分遠くに配置することで磁場影響を回避するとともに、X線光学系 106 によりX線収率の低下を避けることができる点が本発明の優位点である。

[0026] 半導体ウェハを試料とする場合には、半導体回路パターンを露光するためのレジスト材料など、電子線照射のダメージにより容易に材料の分子構造が変化してしまうことがある。一方で半導体パターンの微細化により、電子顕微鏡には高分解能が求められる。そこで、材料のダメージを抑制しながら高分解能を得るために、電子線の照射エネルギーを低くするとともに、対物レンズの作動距離を極力小さくしレンズの集束性能を高める必要がある。そのような場合には、本実施例に示したような対物レンズ形状にするとよい。すなわち、対物レンズ 102 の下部磁極 104 を試料 105 と平行となるように配置し、下部磁極 104 と試料 105 との間を極力小さくすることが好ましい。このような構造の対物レンズを採用した場合には、マイクロカロリメータの検出器 107 へ伝達するX線光学系を下部磁極 104 と試料 105 の間に設けることは物理的に困難となる。したがってこのような場合には、本実施例に示したように上部磁極 103 と下部磁極 104 の間からX線を伝達する方式や、実施例 3 に示す上部磁極 103 の上方からX線を伝達する方式とすることが望ましい。

実施例 2

[0027] 次に図 3 を用いて、第 2 の実施例について説明する。第 2 の実施例は、検出器を蓋う磁場シールドを用いることで、対物レンズが形成する磁場から検出器をシールドし、検出器を対物レンズの上部磁極と下部磁極の間に直接挿入する例である。以下では、実施例 1 と同様の部分については説明を省略す

る。

[0028] 図3は、図2-2のスナウト型検出器202を覆うように磁場シールド301を配置した例を示している。スナウト型検出器202の少なくとも一部（つまりスナウト状の部分）は対物レンズの上部磁極と下部磁極との間に配置されている。なお、検出器をスナウト形状としても、その内部に含まれるTES、SQUIDなどの構成要素の形状および配置は実質的に変更なく、図1-2に示した通りであるとする。図3の磁場シールド301は、スナウト型検出器202の少なくとも対物レンズの磁極間に配置された部分全体を蓋い、かつスナウト型検出器202の試料近傍の先端部のみがX線が入射するように開放された窓を有する形状である。ただし、磁場シールドの形状は図示の形状に限られず、磁場シールド301内にあるTESが影響を受ける強度の磁場が磁場シールド内部に入り込まない形状であればよい。具体的には、磁場シミュレータを用いて等高線302のような磁場強度分布を求めることで計算すればよい。

[0029] 実施例1にて説明した通り、マイクロカロリメータの検出器107をスナウト形状に延長することで、TESやSQUIDを試料105に近づけることができ、X線収率の向上が期待できる。しかしながら、実際には、対物レンズ先端は強磁場が印加されることから、マイクロカロリメータの使用が困難となるという課題が存在する。本実施例では、磁場シールド301にパーマロイ等の透磁率の高い金属を使用してスナウト型検出器202全体を覆うことで、図3の磁場の等高線302に示すように磁場シールド301にて磁場が遮られ、スナウト型検出器202へ印加される磁場強度を低下させることができる。これにより、マイクロカロリメータの動作が可能となる設置範囲を試料へ近づけることができ、X線収率の向上が期待できる。なお、マイクロカロリメータの動作が可能となる設置範囲とは、実施例1で説明した通り、磁場強度がTESの超電導状態が破壊される臨界磁場または超伝導状態の熱絶縁シールドの臨界磁場未満となる範囲である。具体的には、磁場シミュレータを用いて等高線302のような磁場強度分布を求めることで、磁場シールド30

1の形状と合わせて、スナウト型検出器202先端の設置可能範囲を計算すればよい。

[0030] なお、本実施例においてさらに実施例1に示したようにX線光学系を加えることで、更なる収率向上が期待できる。

[0031] 本実施例によれば、マイクロカロリメータの検出器を強磁場中に配置できるので、X線光学系を用いなくても高いX線収率で元素分析することができる。

実施例 3

[0032] 次に図4-1、図4-2を用いて、第3の実施例について説明する。第3の実施例は、X線光学系を対物レンズの上部磁路の上側（電子源側）に配置する例である。以下では、実施例1または2と同様の部分については説明を省略する。

[0033] 図4-1では、上部磁極103の上方よりX線を伝達させるよう、マイクロカロリメータの検出器が配置される例が示されている。X線光学系106は対物レンズより電子源側（より具体的には対物レンズの上部磁極より電子源側）に配置される。また、図4-2からもわかるように、X線光学系106は上部磁極103が形成する磁場内に配置されることになる。なお、図4-1ではX線光学系106が対物レンズの上部磁極103のすぐ上に、上部磁極103に沿う方向に配置された例が記載されているが、X線光学系106の配置はこれに限られない。例えばX線光学系106と上部磁極103との間に別の部品が存在してもよいし、X線光学系106は直線状でなくてもよい。なお、実施例1の場合と同様、対物レンズ磁場の影響を避けるためマイクロカロリメータは磁極先端部から十分離れた位置（磁場強度が所定の磁場強度未満となる位置）に配置されているため、本実施例のようにX線光学系106を試料105と検出器107との間に挿入することでX線収率の低下を避けることができる。

[0034] 図4-2は上部磁極103の上方に漏れだす対物レンズ磁場の強度分布を示した模式図である。実施例1の場合と同様、磁極先端に近づくほど磁場強

度が高くなる分布が等高線 401 にて示されている。従って、検出器 107 をスナウト形状として試料 105 へ近づけようとする、対物レンズの上部磁極の上側からであっても図 2-2 で説明したのと同様に、対物レンズが形成する磁場影響によりマイクロカロリメータの動作が困難となる。

[0035] 本実施例は、実施例 1 の場合と比べ、X 線光学系 106 の配置が対物レンズの物理的な寸法の制約を受け、X 線光学系 106 と試料 105 との距離が長くなるため、X 線収率の観点では不利である。しかしながら X 線の取出し角を高角度にすることで、試料内での吸収の少ない X 線を検出することができる利点がある。

実施例 4

[0036] 次に図 5-1、図 5-2 を用いて、第 4 の実施例について説明する。第 4 の実施例は、実施例 1 ないし 3 と異なり、対物レンズ形状であるアウトレンズ型の対物レンズを有する電子顕微鏡における実施例である。以下では、実施例 1 ないし 3 と同様の部分については説明を省略する。

[0037] 図 5-1 に本実施例における電子顕微鏡およびマイクロカロリメータの構成を示す。実施例 1 の場合と同様、図示省略の電子源より放出された電子線 501 は、対物レンズ 502 の発生する磁場により集束され、試料 505 上へ照射される。試料 505 より生じた特性 X 線は、X 線光学系 506 によって伝達されてマイクロカロリメータの検出器 507 へ入射する。図 5-1 では、X 線光学系 506 は対物レンズより試料側（より具体的には対物レンズの下部磁極 504 より試料側）に配置される。また、図 5-2 からわかるように、X 線光学系 506 は下部磁極 504 が試料 505 との間に形成する磁場内に配置されることになる。検出器 507 は冷凍機 508 によって冷却される。

[0038] 本実施例では、対物レンズ 502 の磁極は下方に向いて配置されており、電子線 501 が磁極先端より下方にて集束作用を受けるアウトレンズ型のレンズ形状となっている。試料が載置される試料ステージ（図示省略）が傾斜機構を有する場合には、上部磁極 503、下部磁極 504 とともに試料 505

に対して角度を持って配置することで、試料505を試料ステージにて傾斜させた観察を行うことができる点が特徴である。一方、傾斜観察を行うためにレンズを小さくする必要があることから、下部磁極504の下方（試料側）よりX線を伝達させるよう、マイクロカロリメータが配置される。なお、実施例1および3の場合と同様、対物レンズ磁場の影響を避けるためマイクロカロリメータは磁極先端部から十分離れた位置（磁場強度が所定の磁場強度未満となる位置）に配置されているため、本実施例のようにX線光学系506を試料505と検出器507との間に挿入することでX線収率の低下を避けることができる。

[0039] 図5-2は、本実施例における対物レンズ磁場の強度分布を示した模式図である。実施例1および3の場合と同様、磁極先端に近づくほど磁場強度が高くなる分布が等高線509にて示されている。従って、検出器507をスナウト形状として試料505へ近づけようとする、対物レンズの下部磁極の下側からであっても図2-2で説明したのと同様に、対物レンズが形成する磁場影響によりマイクロカロリメータの動作が困難となる。

[0040] 本実施例は、アウトレンズ形状とすることで対物レンズ502の作動距離が長くなり、レンズの集束性能すなわち電子顕微鏡の分解能の点で、実施例1ないし3の場合よりも不利となる可能性がある。一方で、実施例1および2の場合と比べ、試料505と磁極先端との間に距離があることからマイクロカロリメータのX線光学系506の受光部を広くできる他、試料505を傾斜させることで電子線501の見かけの侵入長を浅くし、試料505の表面より生じる特性X線の量を増加させることができる点などの点で優位である。

[0041] なお、本発明は上記した実施例に限定されるものではなく、様々な変形例が含まれる。例えば、上記した実施例は本発明を分かりやすく説明するために詳細に説明したものであり、必ずしも説明した全ての構成を備えるものに限定されるものではない。また、ある実施例の構成の一部を他の実施例の構成に置き換えることが可能であり、また、ある実施例の構成に他の実施例の

構成を加えることも可能である。また、各実施例の構成の一部について、他の構成の追加・削除・置換をすることが可能である。

[0042] 例えば、図1, 4, 5にてマイクロカロリメータの検出器を対物レンズ外部となるよう配置した例を示したが、マイクロカロリメータの超伝導シールドの臨界磁場以下となる位置であれば、検出器は対物レンズ内に配置されても良い。その際、図3のような磁場シールドを設けることで検出器周辺の磁場強度が抑制できるが、マイクロカロリメータの超伝導シールドの臨界磁場以下となる位置に設置できる場合は磁場シールドを設けなくてもよい。

符号の説明

- [0043] 1 0 1 電子線
- 1 0 2 対物レンズ
- 1 0 3 上部磁極
- 1 0 4 下部磁極
- 1 0 5 試料
- 1 0 6 X線光学系
- 1 0 7 検出器
- 1 0 8 冷凍機
- 1 1 1ハウジング
- 1 1 2 TES
- 1 1 3 ヒートシンク
- 1 1 4 電源
- 1 1 5 インダクタ
- 1 1 6 SQUID
- 1 1 7 アナライザ
- 1 1 8 熱絶縁シールド
- 1 1 9 ウィンドウ
- 2 0 1 磁場の等高線
- 2 0 2 スナウト型検出器

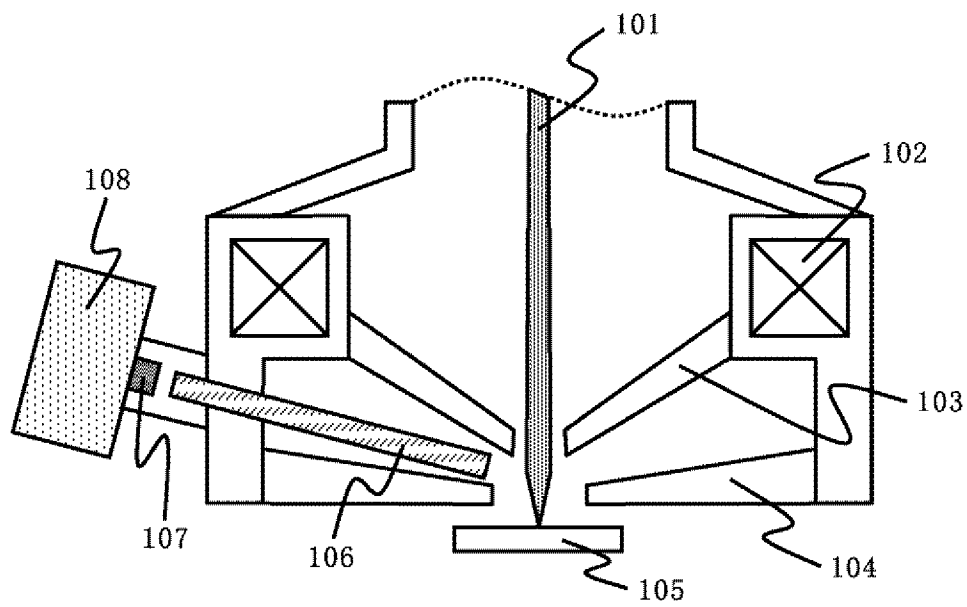
- 3 0 1 磁場シールド
- 3 0 2 磁場の等高線
- 4 0 1 磁場の等高線
- 5 0 1 電子線
- 5 0 2 対物レンズ
- 5 0 3 上部磁極
- 5 0 4 下部磁極
- 5 0 5 試料
- 5 0 6 X線光学系
- 5 0 7 検出器
- 5 0 8 冷凍機
- 5 0 9 磁場の等高線

請求の範囲

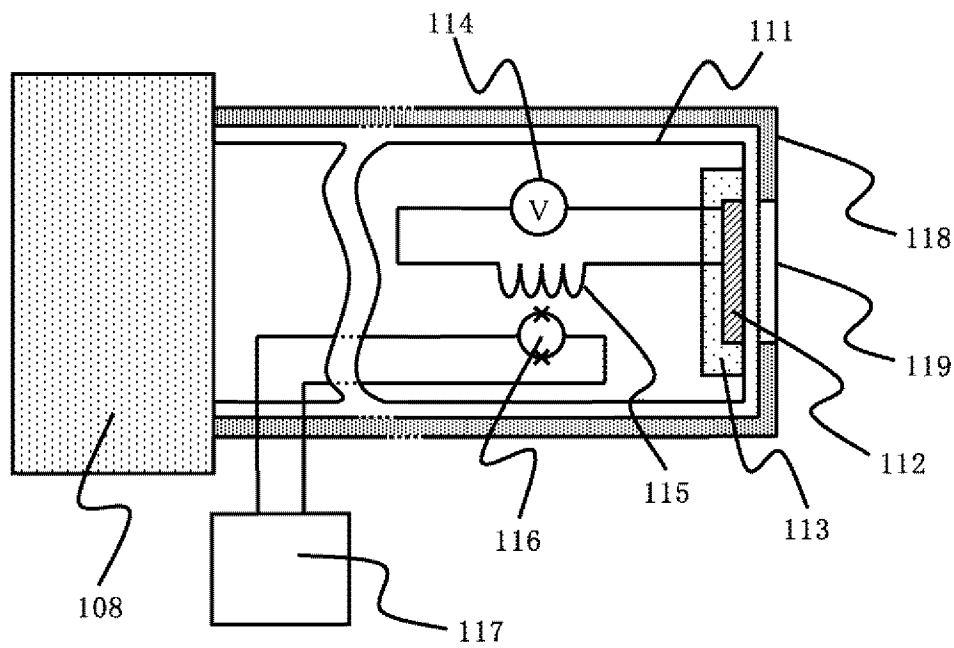
- [請求項1] 電子線を発生させる電子源と、
前記電子線を試料上に集束する対物レンズと、
前記試料から発生するX線を検出しエネルギー分光を行うX線検出器と、
前記対物レンズの磁路の先端から遠ざかるように、前記試料から発生するX線を前記X線検出器まで伝達するX線光学系と、を備え、
前記X線検出器は、前記対物レンズが形成する磁場強度が所定の磁場強度未満となる空間に配置される電子顕微鏡。
- [請求項2] 請求項1に記載の電子顕微鏡において、
前記X線検出器は超電導転移端センサを含む電子顕微鏡。
- [請求項3] 請求項2に記載の電子顕微鏡において、
前記所定の磁場強度は、前記超電導転移端センサの超電導状態が破壊される臨界磁場強度である電子顕微鏡。
- [請求項4] 請求項2に記載の電子顕微鏡において、
前記X線検出器は超電導材料からなる熱絶縁シールドを有し、
前記所定の磁場強度は、前記熱絶縁シールドの超電導状態が破壊される臨界磁場強度である電子顕微鏡。
- [請求項5] 請求項1に記載の電子顕微鏡において、
前記X線検出器はマイクロカロリメータである電子顕微鏡。
- [請求項6] 請求項1に記載の電子顕微鏡において、
前記X線光学系はポリキャピラリレンズである電子顕微鏡。
- [請求項7] 請求項1に記載の電子顕微鏡において、
前記X線光学系は前記対物レンズの上部磁路と下部磁路との間に配置される電子顕微鏡。
- [請求項8] 請求項1に記載の電子顕微鏡において、
前記X線光学系は前記対物レンズの上部磁路より前記電子源側であって、前記上部磁路が形成する磁場内に配置される電子顕微鏡。

- [請求項9] 請求項 1 に記載の電子顕微鏡において、
前記 X 線光学系は前記対物レンズの下部磁路より前記試料側であって、前記下部磁路が形成する磁場内に配置される電子顕微鏡。
- [請求項10] 請求項 1 に記載の電子顕微鏡において、
前記対物レンズの下部磁路は前記試料に平行に配置される電子顕微鏡。
- [請求項11] 電子線を発生させる電子源と、
前記電子線を試料上に集束する対物レンズと、
前記試料から発生する X 線を検出しエネルギー分光を行う X 線検出器と、
前記対物レンズが形成する磁場から前記 X 線検出器をシールドする磁場シールドと、を備え、
前記 X 線検出器は、前記磁場シールドにより前記対物レンズが形成する磁場強度が所定の磁場強度未満とされた空間に配置される電子顕微鏡。
- [請求項12] 請求項 1 1 に記載の電子顕微鏡において、
前記 X 線検出器の少なくとも一部は前記対物レンズの上部磁路と下部磁路の間に配置される電子顕微鏡。
- [請求項13] 請求項 1 1 に記載の電子顕微鏡において、
前記 X 線検出器は超電導転移端センサを含む電子顕微鏡。
- [請求項14] 請求項 1 3 に記載の電子顕微鏡において、
前記所定の磁場強度は、前記超電導転移端センサの超電導状態が破壊される臨界磁場強度である電子顕微鏡。
- [請求項15] 請求項 1 3 に記載の電子顕微鏡において、
前記 X 線検出器は超電導材料からなる熱絶縁シールドを有し、
前記所定の磁場強度は、前記熱絶縁シールドの超電導状態が破壊される臨界磁場強度である電子顕微鏡。

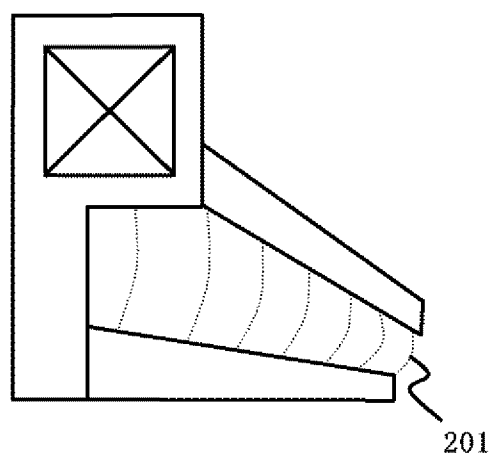
[図1-1]



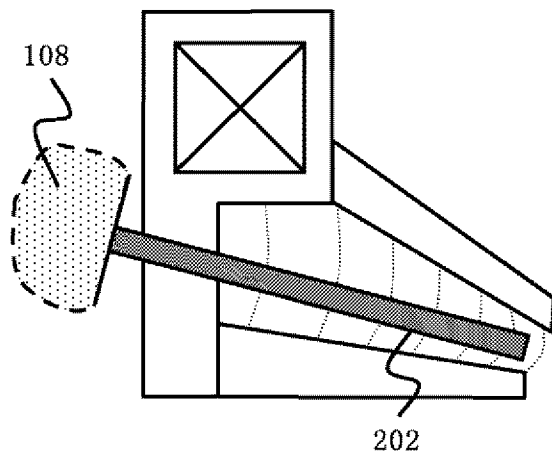
[図1-2]



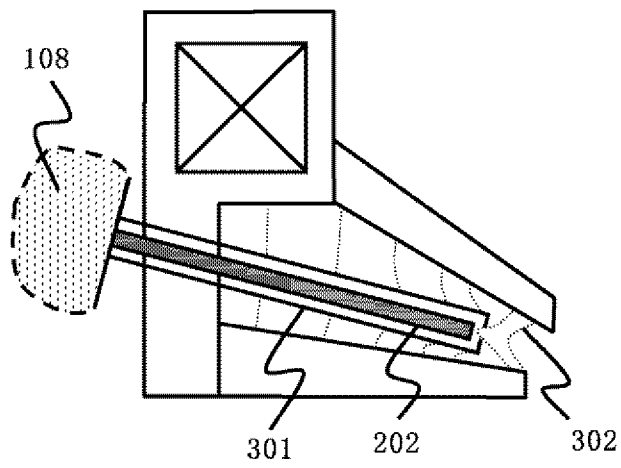
[図2-1]



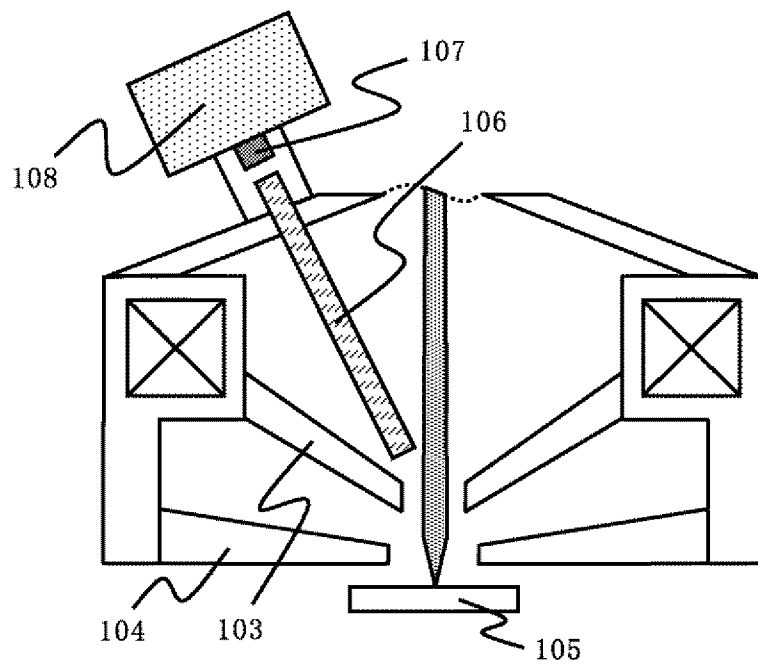
[図2-2]



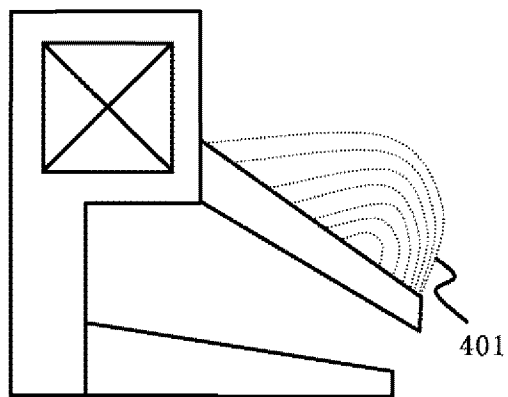
[図3]



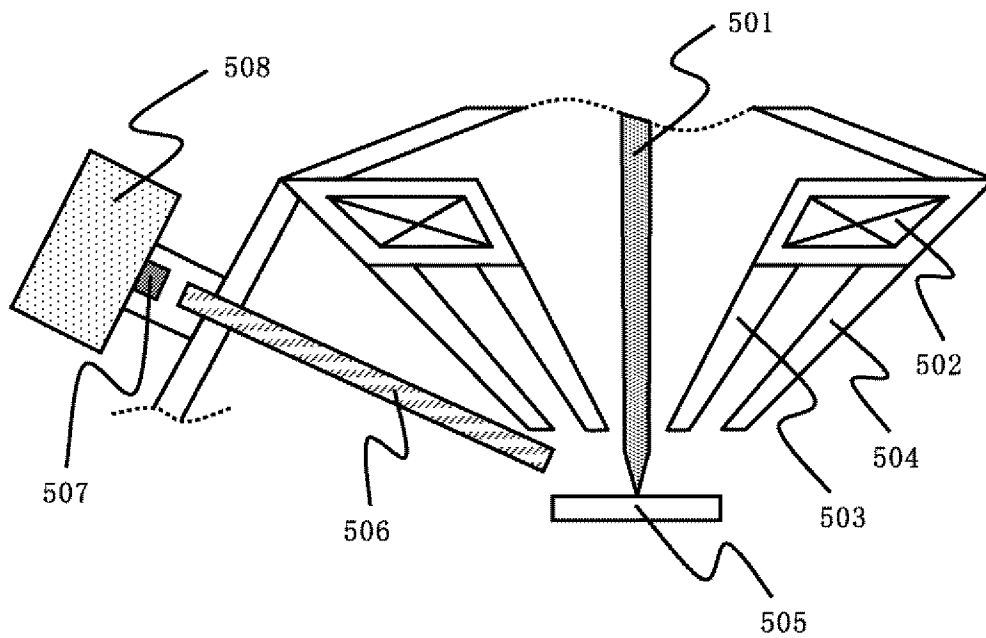
[図4-1]



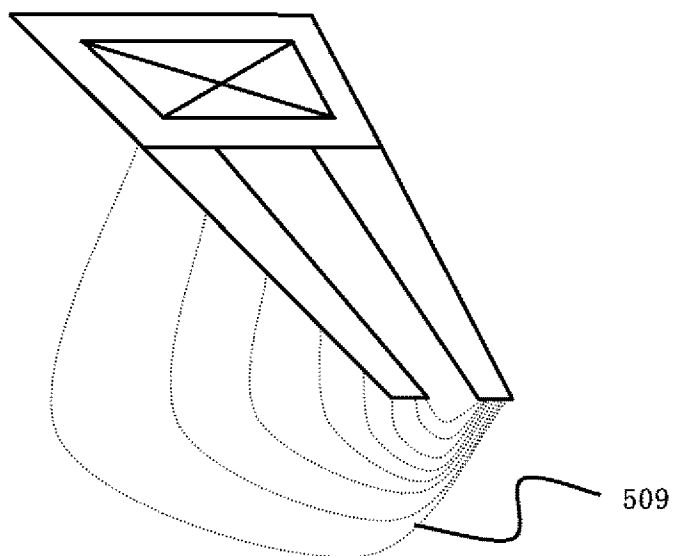
[図4-2]



[図5-1]



[図5-2]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/059019

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01J37/244(2006.01)i, H01J37/14(2006.01)i, H01J37/28(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

H01J37/00-37/36, G01N23/225, G01T1/00-1/40

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2015
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2015	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2015

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y A	JP 2009-175117 A (SII NanoTechnology Inc.), 06 August 2009 (06.08.2009), paragraphs [0009], [0020] to [0027], [0048]; fig. 1 to 2 & US 2009/0184252 A1 & DE 102008062612 A	11,13-15 1-6,9-10 7-8,12
Y	JP 2008-39500 A (SII NanoTechnology Inc.), 21 February 2008 (21.02.2008), paragraphs [0046] to [0071]; fig. 1 to 2 (Family: none)	1-6,9-10
Y	WO 2013/018594 A1 (Hitachi High-Technologies Corp.), 07 February 2013 (07.02.2013), paragraph [0040]; fig. 1 & JP 2013-33671 A & US 2014/0175279 A1 & DE 112012002811 T & CN 103718268 A	10

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
05 June 2015 (05.06.15)

Date of mailing of the international search report
16 June 2015 (16.06.15)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/059019

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 8-83588 A (Hitachi, Ltd.), 26 March 1996 (26.03.1996), entire text; all drawings (Family: none)	1-15
A	Microfilm of the specification and drawings annexed to the request of Japanese Utility Model Application No. 150733/1980 (Laid-open No. 73858/1982) (JEOL Ltd.), 07 May 1982 (07.05.1982), entire text; all drawings (Family: none)	1-15

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. H01J37/244(2006.01)i, H01J37/14(2006.01)i, H01J37/28(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. H01J37/00-37/36, G01N23/225, G01T1/00-1/40

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 5 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 5 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 5 年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X Y A	JP 2009-175117 A（エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社） 2009.08.06, 【0009】、【0020】－【0027】、【0048】、図1－図2 & US 2009/0184252 A1 & DE 102008062612 A	11, 13-15 1-6, 9-10 7-8, 12
Y	JP 2008-39500 A（エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社） 2008.02.21, 【0046】－【0071】、図1－図2（ファミリーなし）	1-6, 9-10

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

0 5 . 0 6 . 2 0 1 5

国際調査報告の発送日

1 6 . 0 6 . 2 0 1 5

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

小野 健二

2 G

5 0 6 1

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 2 2 6

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	WO 2013/018594 A1 (株式会社日立ハイテクノロジーズ) 2013.02.07, [0040], 図1 & JP 2013-33671 A & US 2014/0175279 A1 & DE 112012002811 T & CN 103718268 A	10
A	JP 8-83588 A (株式会社日立製作所) 1996.03.26, 全文全図 (ファミリーなし)	1-15
A	日本国実用新案登録出願55-150733号(日本国実用新案登録出願公開 57-73858号)の願書に添付した明細書及び図面の内容を撮影したマ イクロフィルム (日本電子株式会社) 1982.05.07, 全文全図 (ファミリーなし)	1-15