

(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
2014 年 4 月 24 日(24.04.2014)



(10) 国際公開番号

WO 2014/061524 A1

- (51) 国際特許分類:
H01J 37/317 (2006.01) G01N 1/28 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2013/077453
- (22) 国際出願日: 2013 年 10 月 9 日(09.10.2013)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2012-227596 2012 年 10 月 15 日(15.10.2012) JP
- (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 2 4 番 1 4 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 佐藤 高広(SATO Takahiro); 〒1058717 東京都港区西新橋一丁目 2 4 番 1 4 号 株式会社日立ハイテクノロジーズ内 Tokyo (JP). 森川 晃成(MORIKAWA Akinari); 〒1058717 東京都港区西新橋一丁目 2 4 番 1 4 号 株式会社日立ハイテクノロジーズ内 Tokyo (JP). 関原 雄(SEKIHARA Isamu); 〒1058717 東京都港区西新橋一丁目 2 4 番 1 4 号 株式会社日立ハイテクノロジーズ内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 特許業務法人浅村特許事務所(ASAMURA PATENT OFFICE, P.C.); 〒1408776 東京都品川区

東品川 2 丁目 2 番 2 4 号 天王洲セントラルタワー Tokyo (JP).

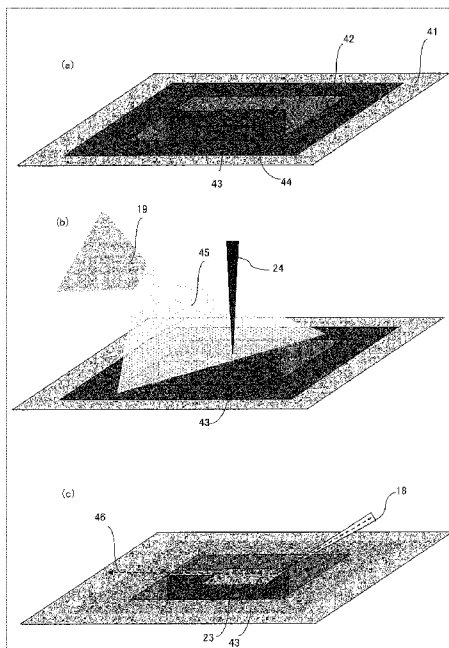
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, 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, 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, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (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).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: CHARGED PARTICLE BEAM DEVICE AND SAMPLE PREPARATION METHOD

(54) 発明の名称: 荷電粒子線装置および試料作製法



(57) Abstract: Provided is a charged particle beam device provided with: a charged particle source; an objective lens for focusing a charged particle beam emitted from the charged particle source onto a sample; a detector for detecting a secondary charged particle emitted from the sample; a probe capable of coming into contact with the sample; a gas nozzle for emitting conductive gas to the sample; and a control unit for controlling the drive of the probe and gas emission from the gas nozzle, wherein before bringing the probe into contact with the sample after applying the charged particle beam to the sample to machine the sample, the control unit emits gas toward a machining position from the gas nozzle and applies the charged particle beam to form a conductive film on a machining portion of the sample, and the charged particle beam device is provided with a contact detection unit for determining that the conductive film formed on the machining portion and the probe have come into contact with each other.

(57) 要約: 荷電粒子源と、荷電粒子源から放出される荷電粒子線を試料上に集束させる対物レンズと、試料から放出される二次荷電粒子を検出する検出器と、試料に接触することが可能なプローブと、試料に導電性のガスを放出させるガスノズルと、プローブの駆動とガスノズルからのガス放出を制御する制御部とを備えた荷電粒子線装置において、制御部は、試料に荷電粒子線を照射して試料を加工後、プローブを試料に接触させる前に、ガスノズルからガスを加工位置に向けて放出し、荷電粒子線を照射して試料の加工部に導電性膜を形成し、加工部に形成された導電性膜とプローブが接触したことを判断する接触検知部を備えた荷電粒子線装置を提供す

る。

明 細 書

発明の名称：荷電粒子線装置および試料作製法

技術分野

[0001] 本発明は、荷電粒子線を用いた電子顕微鏡観察用試料の自動作製機能を有する荷電粒子線装置および試料作製法に関する。

背景技術

[0002] 荷電粒子線装置、特に集束イオンビーム (Focused Ion Beam: FIB) 装置に関する技術は、特許文献1に開示されている。FIB装置は、集束イオンビームを試料に照射した際に起きるスパッタリング現象を利用し、試料の微細加工を行うことができる。最近では、FIB装置とSEMまたはSTEMとの組み合わせに関する技術が、特許文献2に開示されている。FIB-SEM装置やFIB-STEM装置は、FIB照射軸と電子ビーム照射軸が鋭角に配置しており、その交点に試料が設置してある。そのため、FIB加工した断面をそのままSEM観察できる特徴がある。

特許文献3特開平05-052721によると、FIB加工装置内で試料から所望領域を摘出し、透過電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope: TEM) や走査透過電子顕微鏡 (Scanning Transmission Electron Microscope: STEM) 観察用の薄膜試料を作製可能なマイクロサンプリング法が開示されている。この手法は、導電膜成膜、周辺加工、底部切断、メカニカルプローブ固定、支持部切断、微小試料摘出、試料台への固定、メカニカルプローブ切断、薄膜加工の工程から成る。従来、オペレーターが全行程を手動で操作していた。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開平5-82479号公報

特許文献2：特開平11-273613号公報

特許文献3：特開平05-052721号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] FIB加工法は、集束イオンビームを試料に照射し、スパッタリング現象を用いて微細加工を行う手法である。セラミックス、高分子などの絶縁材料のFIB加工では、イオン照射により電荷が試料に溜まり、帯電し易い性質がある。帯電が起きると、観察視野内に異常な明暗のコントラストが発生したり、観察視野のドリフトが発生したりする。そのため、像質低下や加工位置精度低下の原因になる。そこで、FIB加工前の処理として、試料全面に導電材をコーティングし、帯電防止を図っている。

この様な前処理は、帯電防止以外に、マイクロサンプリング法で用いるメカニカルプローブと試料との接触検知にも役立つ。すなわち、メカニカルプローブと試料との間に電氣的導通が確保され、接触検知が可能になる。

しかし、周辺加工や底部切断の工程で発生したスパッタ物の一部が、加工試料表面、側面、底部切断面などに再付着し、導電性が確保できなくなる問題がある。また、FIBのビームフレアにより導電材がスパッタリングされてしまい、電氣的導通が確保できなくなる問題がある。よって、自動摘出では、接触検知が完全に作動しないために適用できない問題があった。従来の手動による操作では、ユーザーは、メカニカルプローブと試料が接触した際の微妙なコントラスト変化や位置変化から接触確認を行っていた。これは、ユーザーの経験に頼るところがあった。

摘出した微小試料は、導電性の試料台に固定する。しかし、絶縁材料は、導電性がないため、微小試料と試料台が接触した際の接触検知が作動しない問題があった。よって、自動加工では、接触検知が完全に作動しないため、微小試料を試料台に固定ができない問題があった。従来の手動による操作では、ユーザーは、微小試料摘出時の作業と同様に、コントラスト変化や位置変化から、試料台との接触確認を行っていた。これは、ユーザーの経験に頼るところがあった。

本発明の目的は、従来ユーザーの経験に頼っていた接触検知の問題を解消し、上記自動処理を用いた試料作製法を提供することに関する。

課題を解決するための手段

[0005] 本発明では、上記課題に鑑み以下の構成を備える。

荷電粒子源と、前記荷電粒子源から放出される荷電粒子線を試料上に集束させる対物レンズと、前記試料から放出される二次荷電粒子を検出する検出器と、前記試料に接触することが可能なプローブと、前記試料に導電性のガスを放出させるガスノズルと、前記プローブの駆動と前記ガスノズルからのガス放出を制御する制御部とを備えた荷電粒子線装置において、前記制御部は、前記試料に荷電粒子線を照射して前記試料を加工後、前記プローブを試料に接触させる前に、前記ガスノズルからガスを加工位置に向けて放出し、前記荷電粒子線を照射して前記試料の加工部に導電性膜を形成し、前記加工部に形成された導電性膜と前記プローブが接触したことを判断する接触検知部を備えたことを特徴とする荷電粒子線装置。

[0006] その他の課題、構成については、発明を実施するための形態の欄で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。

発明の効果

[0007] 本発明によれば、従来ユーザーの経験に頼っていた接触検知の問題を解消し、上記自動処理を用いた試料作製法を提供することが可能になる。

本発明の他の目的、特徴及び利点は添付図面に関する以下の本発明の実施例の記載から明らかになるであろう。

図面の簡単な説明

[0008] [図1]本発明の一実施例の荷電粒子線装置の構成を示した模式図。

[図2]本発明の一実施例の荷電粒子線装置の構成を示した模式図。

[図3]一般的なマイクロサンプリング法の手順を示す模式図。

[図4]メカニカルプローブを用いた試料との接触検知法を示した模式図。

[図5]本発明による試料表面への導電性膜成膜の一実施例を示す模式図。

[図6]本発明による試料表面への導電性膜成膜の一実施例を示す模式図。

[図7]本発明による試料表面への導電性膜成膜の一実施例を示す模式図。

[図8]本発明による試料表面への導電性膜成膜の一実施例を示す模式図。

[図9]本発明による摘出した微小試料の底部を試料台に固定する場合の、微小試料の表面および側面への導電性膜成膜の一実施例を示す模式図。

[図10]本発明による摘出した微小試料の底部を試料台に固定する場合の、微小試料の表面、側面、底部切断面への導電性膜成膜の一実施例を示す模式図。

。

[図11]本発明による摘出した微小試料の側面を試料台に固定する場合の、微小試料表面、側面、底部切断面への導電性膜成膜の一実施例を示す模式図。

[図12]本発明による試料表面への導電性膜成膜の実施例である。

[図13]本発明による試料表面への導電性膜成膜の実施例である。

[図14]本発明を適用可能な試料断面構造の模式図。

[図15]本発明をマイクロサンプリング法の自動加工に適用した際の手順。

発明を実施するための形態

[0009] 図1は、FIB加工による微細加工と同一チャンバー内でSEM像観察が可能な荷電粒子線装置の構成を示した模式図である。イオンビーム照射系1は、イオン源2、集束レンズ3、偏向器4、対物レンズ5から構成され、イオンビーム6を形成し、試料面上に集束・走査させる機能を有する。電子ビーム照射系7は、電子源8、集束レンズ9、偏向器10、対物レンズ11から構成され、電子ビーム12を形成し、試料面上に集束・走査させる機能を有する。元試料13は、試料ステージ14上に固定される。チャンバー15には、イオンビーム照射系1、電子ビーム照射系7、試料ステージ14、イオンビーム6及び電子ビーム12照射により発生した二次荷電粒子16を検出する二次荷電粒子検出器17、微小試料を摘出可能なメカニカルプローブ18、ガスを噴出し成膜可能なデポジションノズル19、真空ポンプ20が具備されている。それらは、制御部21により制御される。光学系の設定ウィンドウや二次荷電粒子線像は、CRT22上に表示される。試料ステージ

14上には、元試料13や、メカニカルプローブ18を用いて摘出した微小試料を固定するための試料台が設置可能である。イオンビーム照射系1と電子ビーム照射系7は、元試料13や微小試料上の同一箇所を走査可能である。

[0010] 図2は、FIB加工による微細加工が可能な荷電粒子線装置の構成を示した模式図である。イオンビーム照射系1は、イオン源2、集束レンズ3、偏向器4、対物レンズ5から構成され、イオンビーム6を形成し、試料面上に集束・走査させる機能を有する。元試料13は、試料ステージ14上に固定される。チャンバー15には、イオンビーム照射系1、試料ステージ14、イオンビーム6照射により発生した二次荷電粒子16を検出する二次荷電粒子検出器17、微小試料を摘出可能なメカニカルプローブ18、ガスを噴出し成膜可能なデポジションノズル19、真空ポンプ20が具備されている。それらは、制御部21により制御される。光学系の設定ウィンドウや二次荷電粒子線像は、CRT22上に表示される。試料ステージ14上には、元試料13や、メカニカルプローブ18を用いて摘出した微小試料を固定するための試料台が設置可能である。イオンビーム照射系は、元試料13や微小試料上を走査可能である。

図3に、一般的なマイクロサンプリング法の手順を示す。元試料13を荷電粒子線装置内に挿入し、デポジション機能により元試料13の表面に導電膜23を成膜する(図3の(a))。次に、FIB24で、導電膜23を残して周辺加工する(図3の(b))。試料傾斜して、FIB24で底部25を切断をする(図3の(c))。試料傾斜を元の角度に戻す。メカニカルプローブ18を試料表面に接触させる。デポジション機能を用いて導電膜23を成膜し、メカニカルプローブと試料を固定する(図3の(d))。FIB24で支持部26を切り離す(図3の(e))。微小試料27を摘出する(図3の(f))。摘出した微小試料27を試料台28に接触させる。デポジション機能で導電膜23を成膜し、微小試料27と試料台28を固定する(図3の(g))。メカニカルプローブ18をFIB24で切断する(図3の

(h))。FIB24を用いて微小試料を薄膜加工し、薄膜試料29を作製する(図3の(i))。現在は、導電膜成膜(図3の(a))から試料摘出(図3の(f))まで、および薄膜加工(図3の(i))が自動化されている。

[0011] 図4に、メカニカルプローブを用いた試料との接触検知法を示す。メカニカルプローブ18は、接触検知判定部31と接続されている。接触検知判定部31は、試料13とメカニカルプローブ18間の接触検知判定信号を読み取ることができる。接触検知判定信号が、しきい値以下において非接触、しきい値以上において接触と判定される。

図5および図6は、本発明による試料表面への導電性膜成膜の実施例である。これらの実施例は、FIB装置、FIB-SEM装置、FIB-STEM装置のどれでも実施可能である。メカニカルプローブと試料表面の電氣的導通が確保できなくなる例として、FIB加工により発生したスパッタ物の試料表面への再付着がある。まず、荷電粒子線装置に元試料を挿入する前に、試料全面に導電材をコーティングする。これは、帯電防止及びメカニカルプローブと試料との接触検知機能を動作させるためである。コーティング後、荷電粒子線装置に試料を挿入する。始めに、ポジション機能を用いて観察対象領域の表面に導電膜を成膜、周辺加工、底部切断を実施する。これらの作業は、既に導電材41をコーティングしているため、帯電の影響を受けずに実施可能である(図5の(a))。しかし、周辺加工や底部切断時に発生したスパッタ物42が、表面43、側面44に再付着する。加工部位が電氣的に孤立するため、メカニカルプローブと試料との電氣的導通が確保できず、接触検知が不可となる問題がある。そこで、デポジション機能を用いて表面43に導電膜を形成する(図5の(b))。図5の(b)は、デポジションノズル19からガス45を噴出し、FIB24を照射しながら導電膜を成膜している様子を示す。この処理により表面43に導電膜23が成膜され、メカニカルプローブ18と表面43の電氣的導通経路46が確保できるため、接触検知が正常に動作するようになる(図5の(c))。

図6は、本発明による試料表面への導電性膜成膜の実施例である。各図の観察方向は、FIBの入射方向とした。図5と同様に、周辺加工で発生したスパッタ物42が表面43、側面44に再付着したとする（図6の（a））。試料傾斜する（図6の（b））。以降、図6の（b）から図6の（e）までの図は、試料を傾斜した状態で観察しているため、縦方向に縮尺を縮めている。FIB24で底部25を切断する（図6の（c））。次に、加工部位の表面43、側面44、底部切断面51にデポジションする。

図6の（d）は、デポジションノズル19からガス45を噴出、FIB24を照射しながら導電膜を成膜している様子を示す。より確実に底部切断面にデポジションを実施するため、底部切断した角度からさらに傾斜した状態でデポジションしても良い。この処理により、表面43、側面44、底部切断面51に導電膜23が成膜され、メカニカルプローブと試料表面の電氣的導通経路が確保できるため、接触検知が正常に動作するようになる（図6の（e））。

図7および図8は、本発明による試料表面への導電性膜成膜の実施例を示す。これらの実施例は、FIB装置、FIB-SEM装置、FIB-STEM装置のどれでも実施可能である。メカニカルプローブと試料表面の電氣的導通が確保できない例として、支持部上部の導電材の消失がある。一般的に、FIBのビーム強度はガウス分布に従い、中心部分が最も強く、周辺部ほど弱くなる。加工領域の周辺部分は、ビーム強度の弱い部分（ビームフレア）の影響のため、表面がわずかにスパッタリングされてしまう。特に、支持部では、長手方向と直交する方向の長さが短いため、この影響が顕著に現れやすい。また、加工時間が長くなると、表面の導電材のスパッタリングが顕著になり易い。このために、メカニカルプローブと試料表面との電氣的導通が確保できず、接触検知が不可となる問題がある。そこで、周辺加工後の導電材41が消失した支持部26の表面43にデポジションする（図7の（a））。図7の（b）は、デポジションノズル19からガス45を噴射し、FIB24でスキャンしながら導電膜を成膜している様子を示す。この処理に

より、導電膜 2 3 が形成され、メカニカルプローブ 1 8 と表面 4 3 の電氣的導通経路 4 6 が確保できるようなる（図 7 の（c））。また、予めマイクロサンプリング開始時のデポジションにおいて、支持部上部に導電膜 2 3 を成膜してもよい（図 8 の（a））。この時の導電膜の厚さは、ビームフレアで消失しないように、少し厚めになるように調整するのが望ましい。この処理により、周辺加工をしても支持部上部の導電膜 2 3 は消失しなくなるため、メカニカルプローブ 1 8 と表面 4 3 の電氣的導通経路 4 6 が確保できるようなる（図 8 の（b））。

[0012] メカニカルプローブを固定した微小試料は、支持部切断後、摘出、試料台上に固定される。メカニカルプローブ、摘出した微小試料、試料台との接触検知は、それらの間の電氣的導通検知により行われる。しかし、試料が絶縁材料の様な場合や、スパッタ物が付着している場合などは、電氣的導通が確保できず、接触検知が正常に動作しないという問題点があった。図 9、図 10、図 11 は、本発明による試料への導電性膜成膜の実施例を示す。これらの実施例は、FIB 装置、FIB-SEM 装置、FIB-STEM 装置のどれでも実施可能である。図 9 は、摘出した微小試料の底部を試料台に固定する場合、微小試料の表面および側面への導電性膜成膜の実施例を示す。図 9 の（a）は、メカニカルプローブ 1 8 で摘出した微小試料 2 7 を試料台 2 8 上に接触させる前の模式図である。次に、微小試料 2 7 の表面 4 3、側面 4 4 にデポジションする。図 9 の（b）は、デポジションノズル 1 9 からガス 4 5 を噴出し、FIB 2 4 を照射しながら導電膜を成膜している様子を示す。この処理により表面 4 3、側面 4 4 に導電膜 2 3 が形成され（図 9 の（c））、メカニカルプローブ 1 8、微小試料 2 7、試料台 2 8 との間の電氣的導通経路 4 6 が確保できるため、接触検知が正常に動作するようになる（図 9 の（d））。

図 10 は、摘出した微小試料の底部を試料台に固定する場合、微小試料の表面、側面、底部切断面への導電性膜成膜の実施例を示す。図 10 の（a）は、メカニカルプローブ 1 8 で摘出した微小試料 2 7 を試料台 2 8 上に接触

させる前の模式図である。この状態のまま、微小試料 27 の表面 43、側面 44 にデポジションする。図 10 の (b) は、デポジションノズル 19 からガス 45 を噴出し、FIB 24 を照射しながら導電膜を成膜している様子を示す。図 10 の (c) は、表面 43、側面 44 に導電膜 23 が形成された後、メカニカルプローブ 18 の回転機構を用いて、微小試料 27 を α 方向へ回転した後の模式図である。次に、この状態のまま、微小試料 27 の底部切断面 51 にデポジションする。図 10 の (d) は、デポジションノズル 19 からガス 45 を噴出し、FIB 24 で照射しながら、側面、底部切断面を FIB 24 から見込める試料状態で底部切断面に導電膜を成膜している様子を示す。以上の処理により底部切断部 51 にも導電膜 23 が形成される (図 10 の (e))。メカニカルプローブ 18 の回転機構を用いて元の角度に戻す (図 10 の (f))。メカニカルプローブ 18、微小試料 27、試料台 28 の電氣的導通経路 46 が確保できるため、接触検知が正常に動作するようになる (図 10 の (g))。

図 11 では、摘出した微小試料の側面を試料台に固定する場合、微小試料の表面、側面、底部への導電性膜成膜の実施例を示す。図 11 の (a) は、メカニカルプローブ 18 で摘出した微小試料 27 を試料台 28 上に接触させる前の模式図である。次に、表面 43、側面 44 にデポジションする。図 11 の (b) は、デポジションノズル 19 からガス 45 を噴出し、FIB 24 で照射しながら導電膜を成膜している様子を示す。この処理により、表面 43、側面 44 に導電膜 23 が形成され (図 11 の (c))、メカニカルプローブ 18、微小試料 27、試料台 28 の電氣的導通経路 46 が確保できるため、接触検知が正常に動作するようになる (図 11 の (d))。また、微小試料の側面を試料台に固定する場合、以下の様な手順で行ってもよい。まず、図 10 で説明したように、微小試料の表面、側面にデポジションし、導電性膜を成膜する。次に、メカニカルプローブの回転機構を用いて微小試料を回転し、側面、底部切断面を FIB から見込める試料状態で底部切断面にデポジションし、導電性膜を成膜する。そのまま試料台に固定するか、回転角

度を元の状態に戻してから試料台に固定してもよい。

図5から図11の実施例は、FIBによる導電膜成膜に関する実施例であるため、FIB装置、FIB-SEM装置、FIB-STEM装置のどれでも実施可能である。しかし、電子ビームを用いた導電膜の成膜は、FIB-SEM装置やFIB-STEM装置でのみ実施可能である。すなわち、図5から図11の実施例は、導電膜成膜に用いるFIBの代わりに、電子ビームを用いても同様の処理が実施可能になる。ここでは代表例として、図5および図6の実施例に関して、導電膜成膜に電子ビームを用いた場合の実施例を示す。図12は、本発明による試料表面への導電性膜成膜の実施例である。周辺加工や底部切断実施後、スパッタ物42が、表面43、側面44に再付着する（図12の（a））。加工部位が電氣的に孤立するため、メカニカルプローブと試料との電氣的導通が確保できず、接触検知が不可となる問題がある。そこで、デポジション機能を用いて表面に導電膜を成膜する（図12の（b））。図12の（b）は、デポジションノズル19からガス45を噴出し、電子ビーム12でスキャンしながら表面43に導電膜を成膜している様子を示す。この処理により表面43に導電膜23が成膜され、メカニカルプローブ18と表面43の電氣的導通経路46が確保できるため、接触検知が正常に動作するようになる（図12の（c））。

図13は、本発明による試料表面への導電性膜成膜の実施例である。各図の観察方向は、電子ビームの入射方向とした。図12と同様に、周辺加工で発生したスパッタ物42が表面43、側面44に再付着したとする（図13の（a））。試料傾斜し（図13の（b））、FIB24で底部を切断する（図13の（c））。図13の（c）では、底部が電子線入射方向から見込めていないため図示していない。試料傾斜を戻す（図13の（d））。この状態のまま、表面43、側面44、底部切断面51にデポジションする。図13の（e）は、デポジションノズル19からガス45を噴出し、電子ビーム12でスキャンしながら導電膜を成膜している様子を示す。より確実に底部切断面にデポジションを実施するため、底部切断面が電子ビームで観察でき

るように角度調整してからデポジションしても良い。この処理により導電膜23が成膜され、メカニカルプローブと試料表面の電氣的導通経路が確保できるため、接触検知が正常に動作するようになる(図13の(f))。尚、図13の(a)、(d)、(e)、(f)は、試料傾斜した状態で観察しているため、縦方向に縮尺を縮めている。

図14に本発明を適用可能な試料断面構造の模式図を示す。本発明は、絶縁材や導電材中に一部絶縁材を含む試料など、電氣的導通経路が確保できない試料に適用可能である。また、導電性材料にも使用可能である。図14の(a)は、絶縁材料の断面模式図である。絶縁材料には、セラミックス、高分子、生物試料など様々な材料がある。ここでは、代表例としてセラミックスの例を示す。一般的に、セラミックス140は、多数のグレイン141の焼結体構造である。図14の(b)は、導電材中に一部絶縁材を含む試料の断面模式図である。ここでは、代表例として半導体の例を示す。簡単のため、半導体142は、導電材であるSi基板143上に、絶縁膜144、導電膜145が積層されている構造とした。メカニカルプローブが導電性膜の表面に接触しても、Si基板143と導電性膜145の間に絶縁膜144が存在するため、電氣的導通経路が確保できない問題がある。本発明を適用することで、メカニカルプローブと元試料との間の電氣的導電性が確保でき、接触検知が可能となる。また、摘出した微小試料に対して本発明を適用することで、メカニカルプローブ、微小試料、試料台との間の電氣的導電性が確保でき、接触検知が可能になる。

図5から図14までの実施例は、マイクロサンプリング法の自動加工および手動操作に適用可能である。図15に、本発明をマイクロサンプリング法の自動加工に適用した際の加工手順を示す。まず、自動加工開始前に、パラメータ設定を行う。パラメータには、加工エリアサイズ、加工時間、加工場所、摘出した試料を固定する場所などのパラメータがある。自動加工を開始する。デポジションによる導電膜形成、周辺加工、底部切断を実施する。本発明を用いて表面、側面、底部切断面にデポジションし、導電膜を成膜する

。メカニカルプローブを挿入する。メカニカルプローブを試料表面に接触させる。電氣的導通経路が確保され、接触検知が作用する。その先端部と元試料をデポジションで固定する。FIBで支持部を切断する。微小試料を摘出し、メカニカルプローブと一緒に退避する。元試料を退避する。試料台を挿入する。摘出した微小試料を挿入する。本発明を用いて、摘出した微小試料の表面、側面、底部切断面にデポジションし、導電膜を成膜する。微小試料を試料台に接触させる。電氣的導通経路が確保され、接触検知が作用する。微小試料と試料台をデポジションで固定する。FIBでメカニカルプローブを切断する。メカニカルプローブを退避する。その後、自動薄膜加工を行い、薄膜試料を作製する。また、断面SEM観察を目的とした場合、FIBで断面を仕上げるだけでも良い。本発明を適用することで、薄膜試料作製までを自動で実施可能となる。また、上記手順は、マイクロサンプリング法の手動操作でも可能である。

上記記載は実施例についてなされたが、本発明はそれに限らず、本発明の精神と添付の請求の範囲の範囲内で種々の変更および修正をすることができることは当業者に明らかである。

符号の説明

- [0013] 1 イオンビーム照射系
2 イオン源
3 集束レンズ
4 偏向器
5 対物レンズ
6 イオンビーム
7 電子ビーム照射系
8 電子源
9 集束レンズ
10 偏向器
11 対物レンズ

- 1 2 電子ビーム
- 1 3 元試料
- 1 4 試料ステージ
- 1 5 チャンバー
- 1 6 二次荷電粒子
- 1 7 二次荷電粒子検出黄器
- 1 8 メカニカルプローブ
- 1 9 デポジションノズル
- 2 0 真空ポンプ
- 2 1 制御部
- 2 2 C R T
- 2 3 導電膜
- 2 4 F I B
- 2 5 底部
- 2 6 支持部
- 2 7 微小試料
- 2 8 試料台
- 2 9 薄膜試料
- 3 1 接触検知判定部
- 4 1 導電材
- 4 2 スパッタ物
- 4 3 表面
- 4 4 側面
- 4 5 ガス
- 4 6 電氣的導通経路
- 5 1 底部切断面
- 1 4 0 セラミックス
- 1 4 1 グレイン

1 4 2 半導体

1 4 3 S i 基板

1 4 4 絶縁膜

1 4 5 導電膜

請求の範囲

- [請求項1] 荷電粒子源と、前記荷電粒子源から放出される荷電粒子線を試料上に集束させる対物レンズと、
前記試料から放出される二次荷電粒子を検出する検出器と、前記試料に接触することが可能なプローブと、
前記試料に導電性のガスを放出させるガスノズルと、
前記プローブの駆動と前記ガスノズルからのガス放出を制御する制御部とを備えた荷電粒子線装置において、
前記制御部は、前記試料に荷電粒子線を照射して前記試料を加工後、前記プローブを試料に接触させる前に、前記ガスノズルからガスを加工位置に向けて放出し、前記荷電粒子線を照射して前記試料の加工部に導電性膜を形成し、
前記加工部に形成された導電性膜と前記プローブが接触したことを判断する接触検知部を備えたことを特徴とする荷電粒子線装置。
- [請求項2] 請求項1において、
前記加工部から前記荷電粒子線を照射して前記試料から微細試料を切り離し、前記プローブを前記微小試料を固定して、前記微小試料を摘出することを特徴とする荷電粒子線装置。
- [請求項3] 請求項2において、
前記プローブを回転可能な回転機構を備え、
前記微小試料を固定した状態で前記ガスノズルからガスを放出させ前記荷電粒子線を照射して前記微小試料の表面に導電性膜を形成し、
前記接触検知部は、前記微小試料を試料台に接触したことを判断することを特徴とする荷電粒子線装置。
- [請求項4] イオン源と、前記イオン源から放出されるイオンビームを試料上に集束させる対物レンズと、
電子源と、前記電子源から放出される電子ビームを試料上に集束させる対物レンズと、

前記試料から放出される二次荷電粒子を検出する検出器と、
前記試料に接触することが可能なプローブと、
前記試料に導電性のガスを放出させるガスノズルと、
前記プローブの駆動と前記ガスノズルからのガス放出を制御する制御部とを備えた複合荷電粒子線装置において、

前記制御部は、前記試料にイオンビームを照射して前記試料を加工後、前記プローブを試料に接触させる前に、前記ガスノズルからガスを加工部に向けて放出し、前記電子ビームを照射して前記試料の加工部に導電性膜を形成し、

前記加工部に形成された導電性膜と前記プローブが接触したことを判断する接触検知部を備えたことを特徴とする荷電粒子線装置。

[請求項5]

請求項4において、

前記加工部から前記イオンビームを照射して前記試料から微細試料を切り離し、

前記制御部は、前記プローブを前記微小試料を固定して、前記微小試料を摘出するように前記プローブを制御することを特徴とする荷電粒子線装置。

[請求項6]

請求項5において、

前記プローブを回転可能な回転機構を備え、

前記微小試料を固定した状態で前記ガスノズルからガスを放出させ前記電子ビームを照射して前記微小試料の表面に導電性膜を形成し、

前記接触検知部は、前記微小試料を試料台に接触したことを判断することを特徴とする荷電粒子線装置。

[請求項7]

荷電粒子源と、前記荷電粒子源から放出される荷電粒子線を試料上に集束させる対物レンズと、

前記試料から放出される二次荷電粒子を検出する検出器と、前記試料に接触することが可能なプローブと、

前記試料に導電性のガスを放出させるガスノズルと、前記プローブ

の駆動と前記ガスノズルからのガス放出を制御する制御部とを備えた荷電粒子線装置による微小試料加工観察方法において、

前記試料に荷電粒子線を照射して前記試料を加工後、前記プローブを試料に接触させる前に、前記ガスノズルからガスを加工位置に向けて放出し、前記荷電粒子線を照射して前記試料の加工部に導電性膜を形成し、

前記加工部に形成された導電性膜に前記プローブを接触させることを特徴とする微小試料加工観察方法。

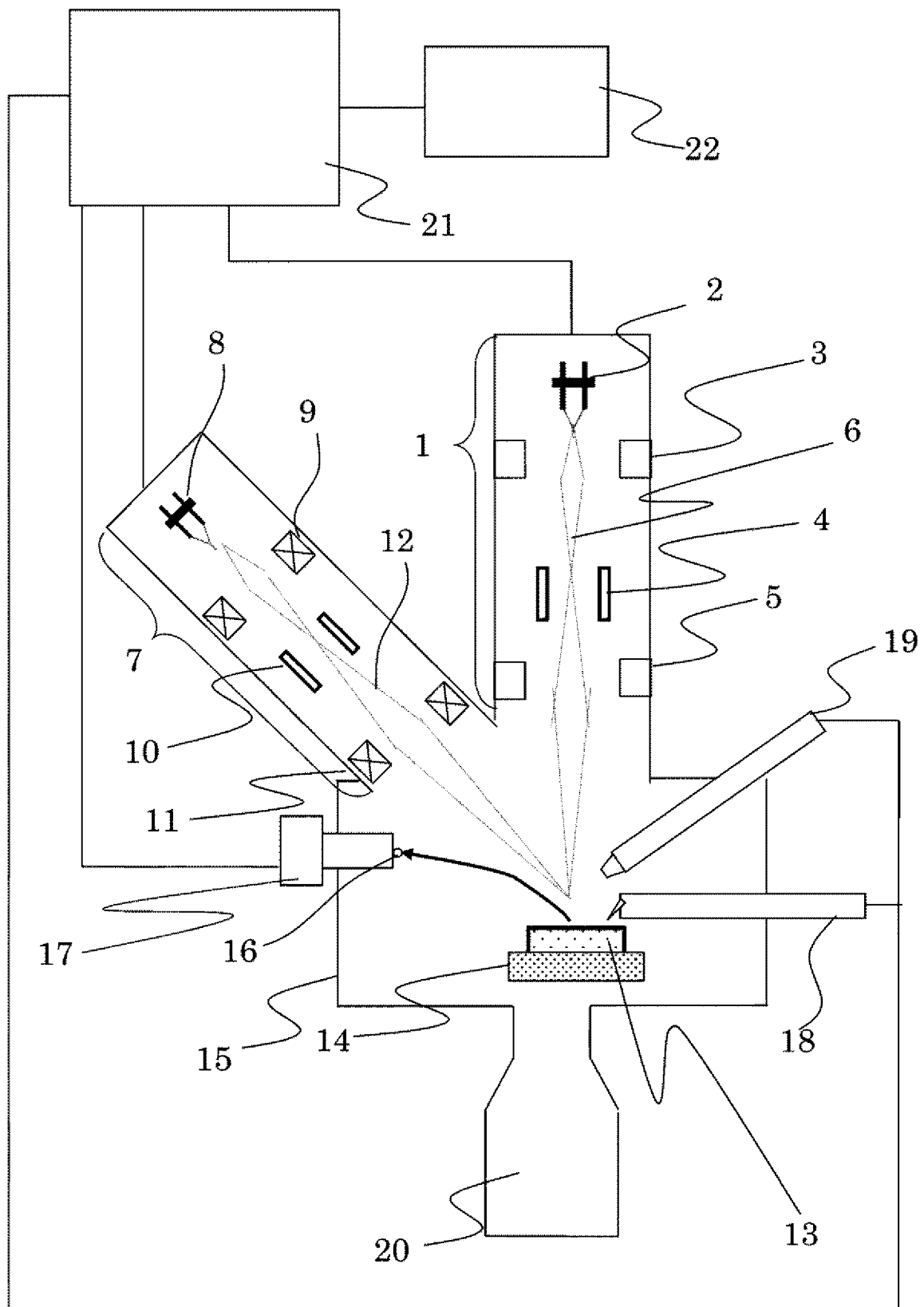
[請求項8]

請求項7において、

前記微小試料の表面にガスを放出させながら前記荷電粒子線を照射して導電性膜を形成し、

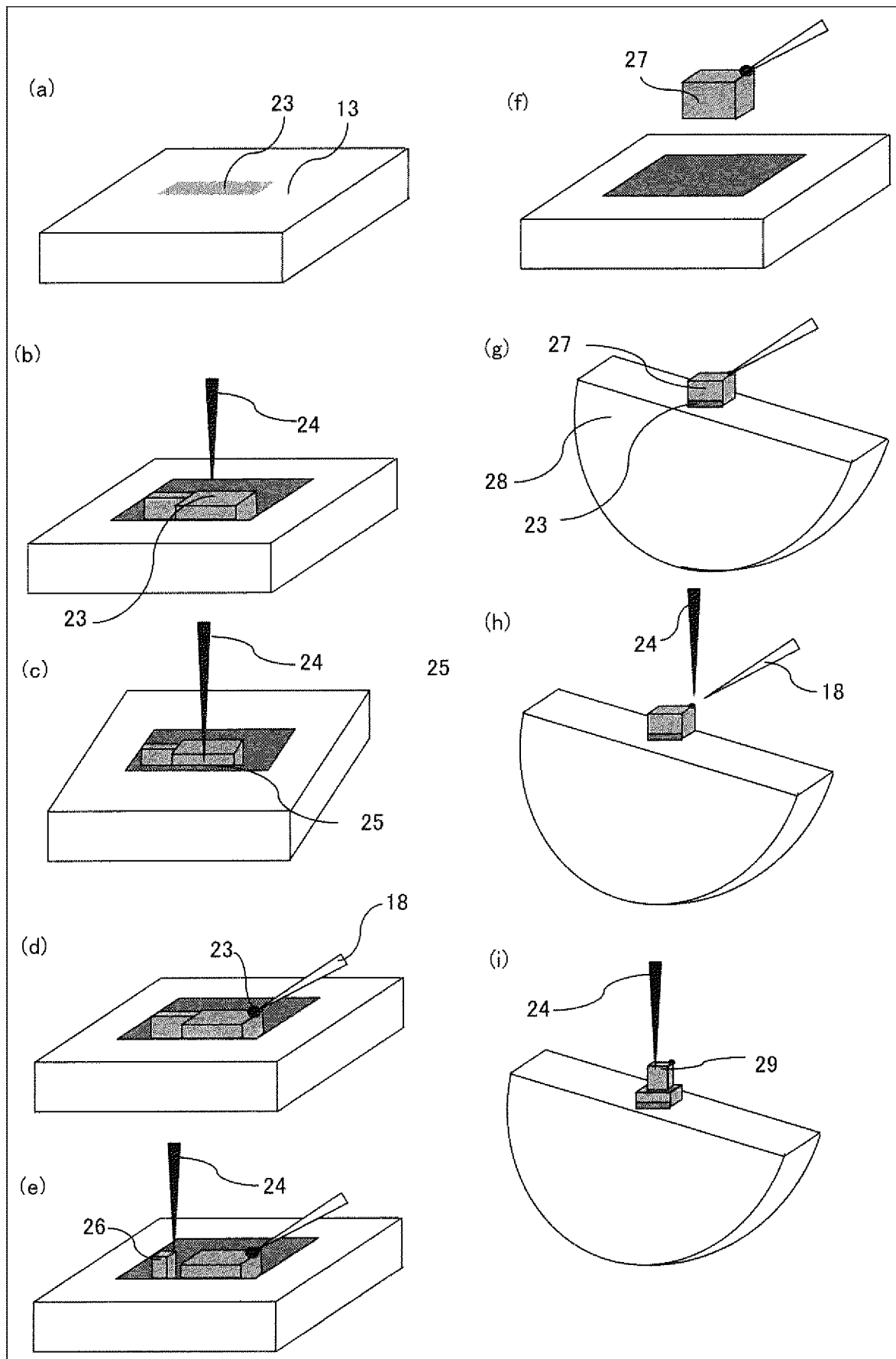
当該微小試料を試料台に固定することを特徴とする微小試料加工観察方法。

[図1]

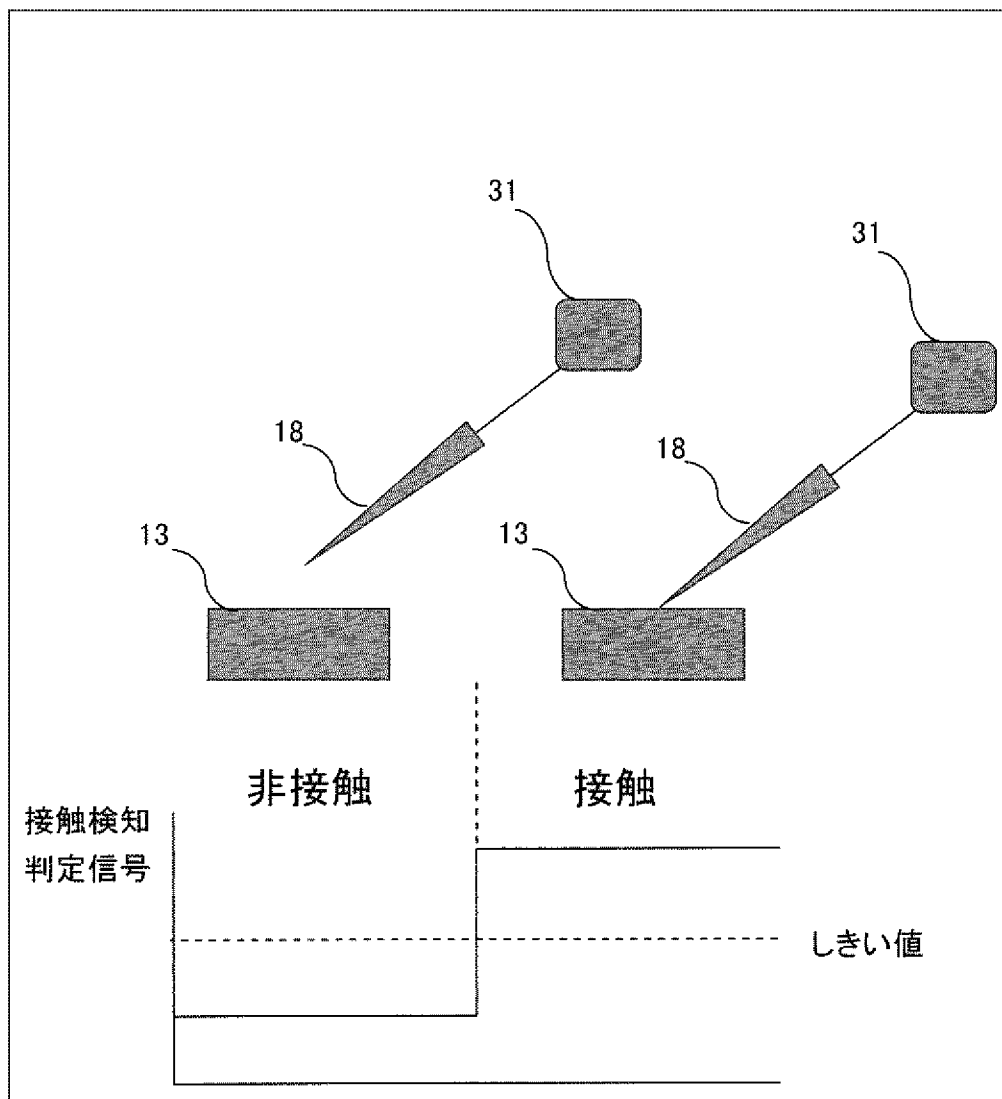


A schematic diagram of a laser-based measurement system. At the top, a control unit (21) is connected to a power source (22). The control unit (21) is also connected to a laser source (15) and a detector (17). The laser source (15) emits a laser beam (4) through a series of optical components: a lens (3), a mirror (6), and a series of lenses (5). The beam (4) is focused onto a specimen (13) mounted on a stage (18). The specimen (13) is positioned on a base (20). The detector (17) is positioned to receive the reflected beam (19). The entire system is housed within a frame (14).

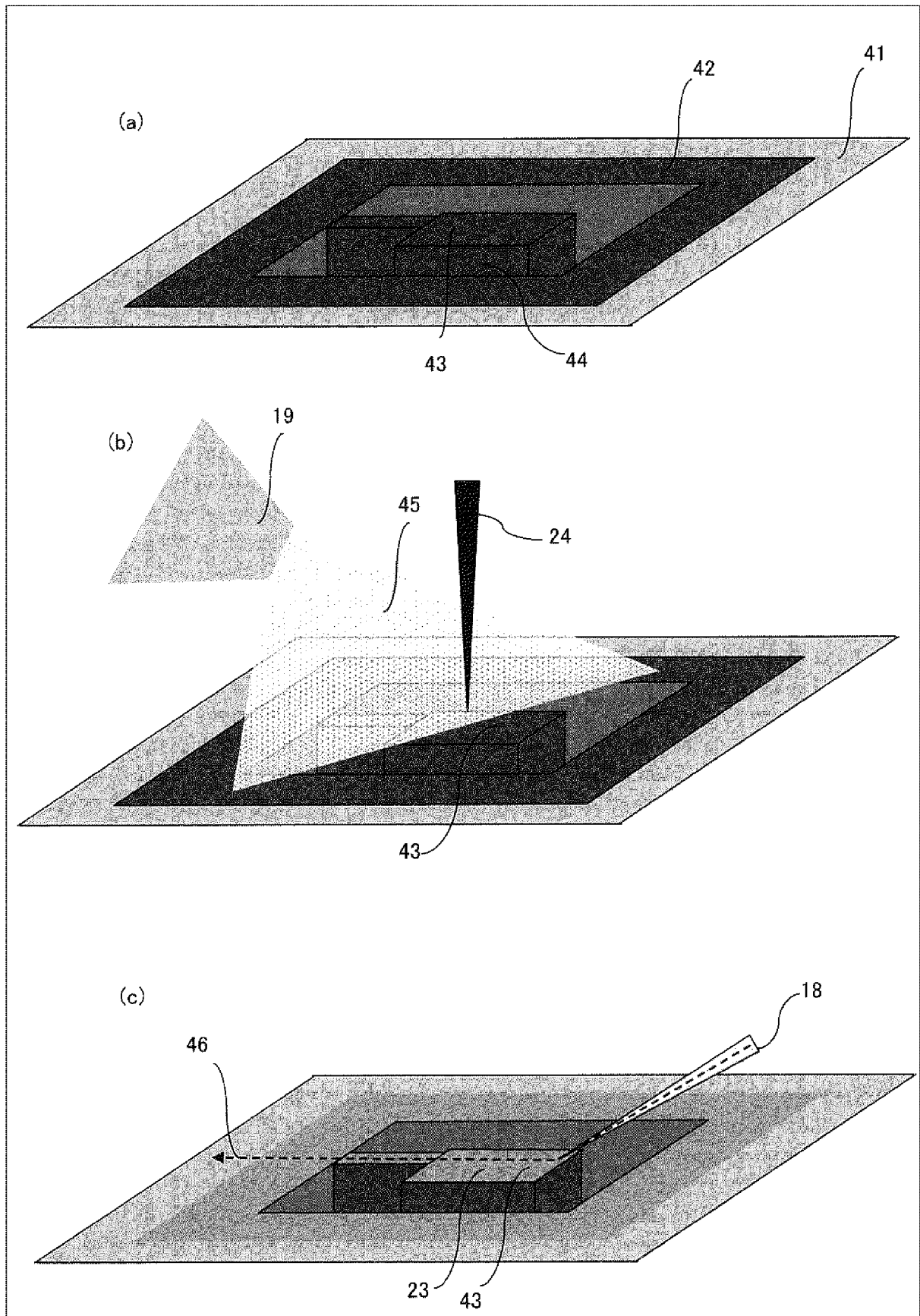
[図3]



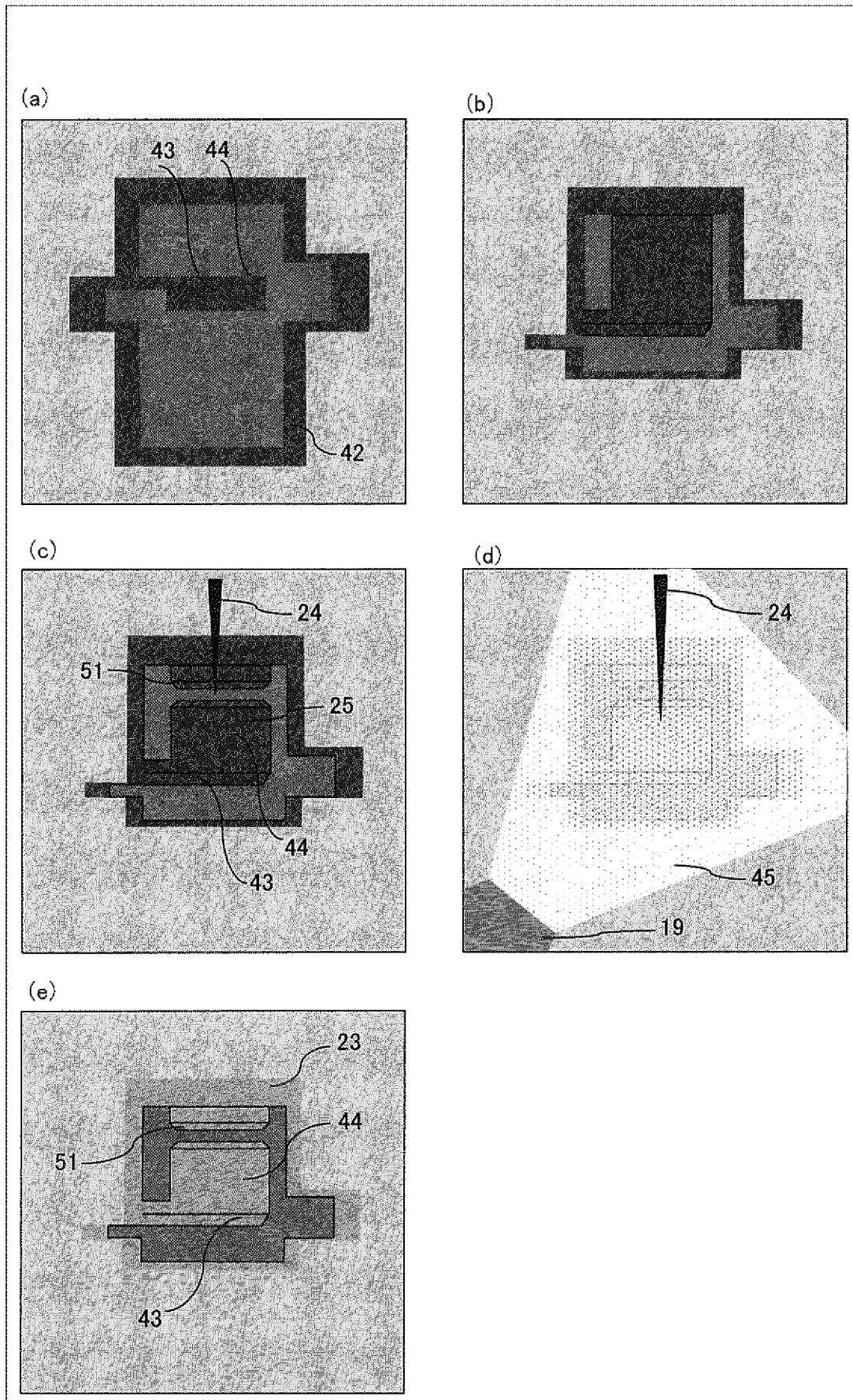
[図4]



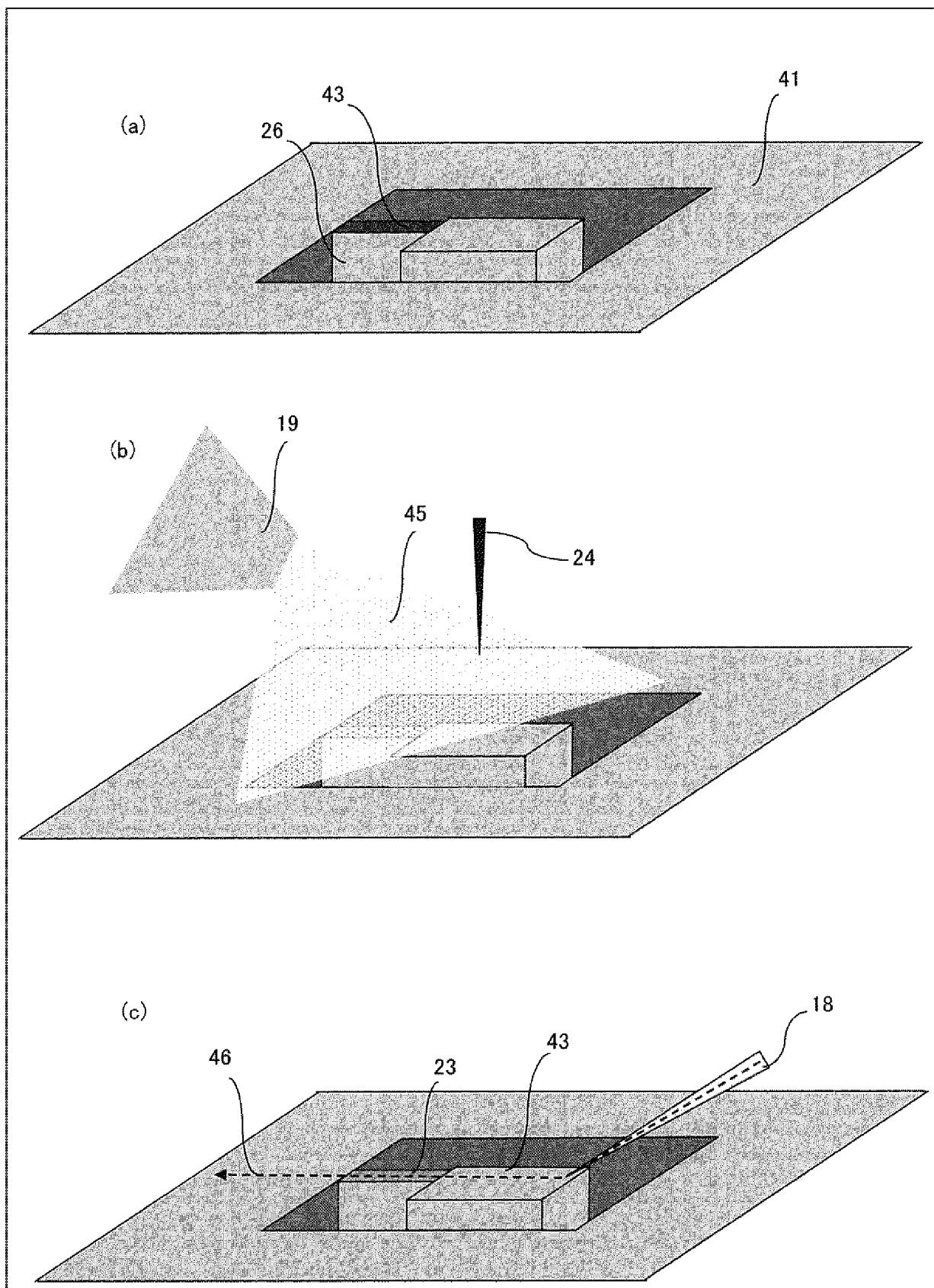
[図5]



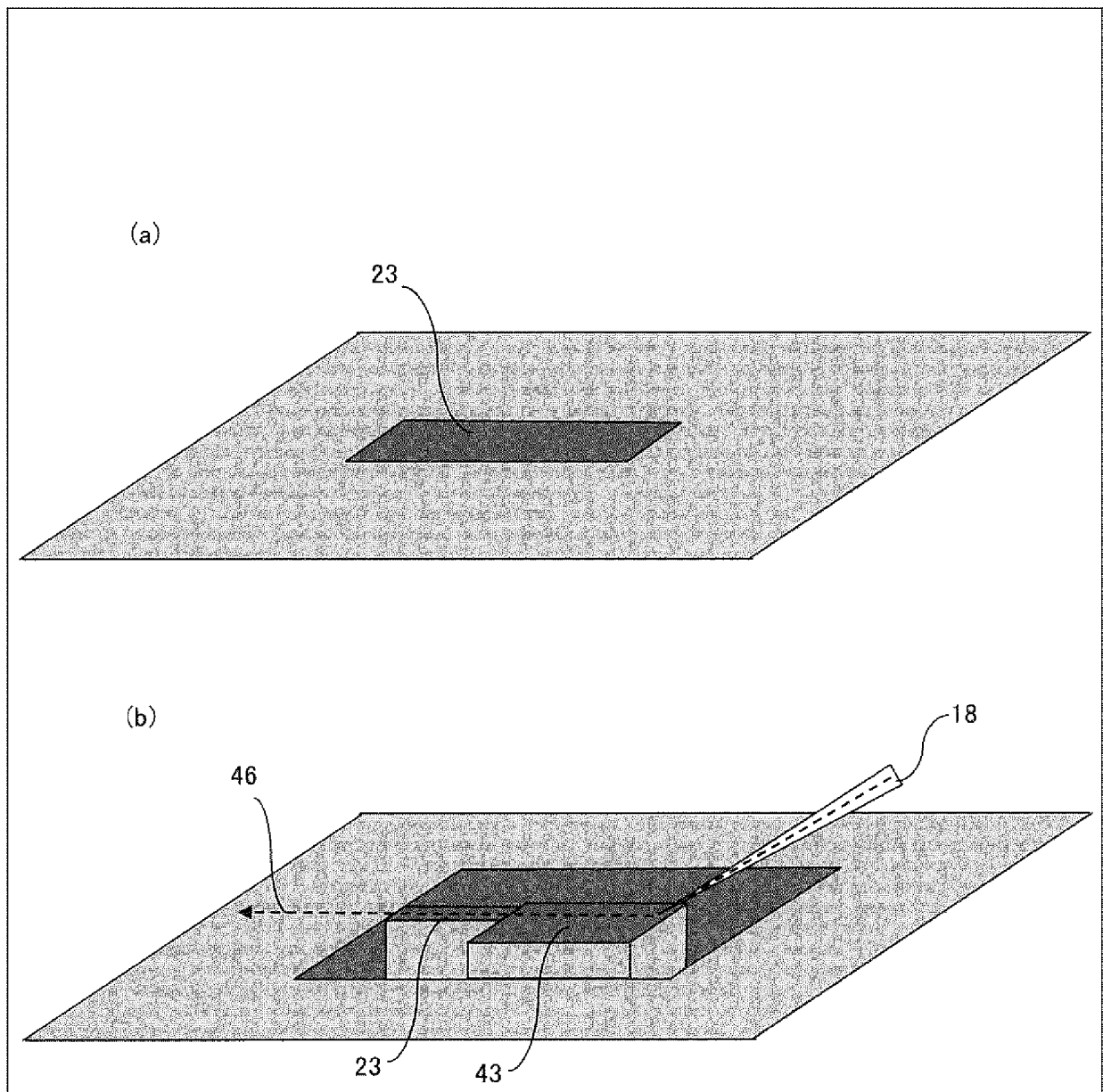
[図6]



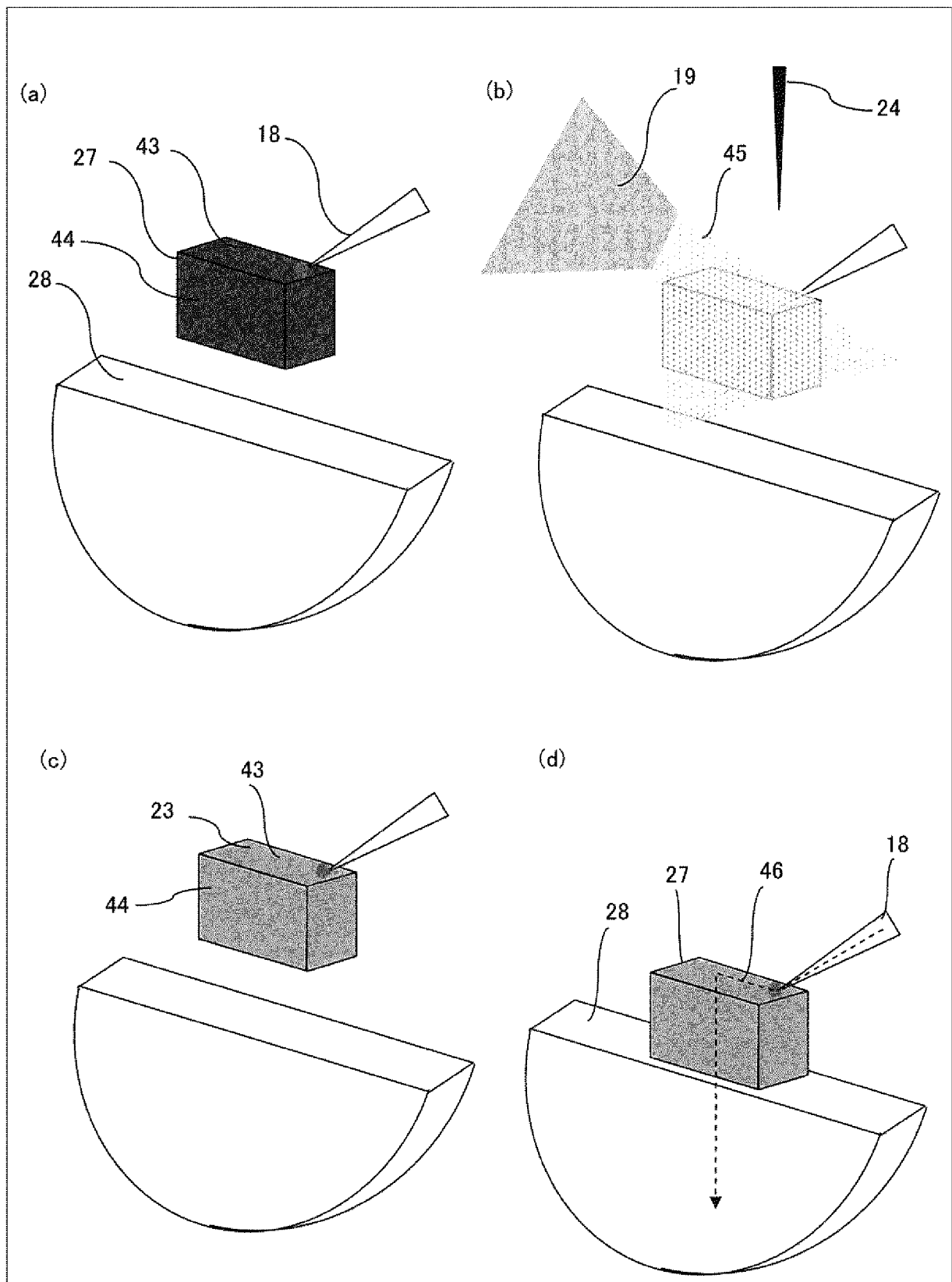
[図7]



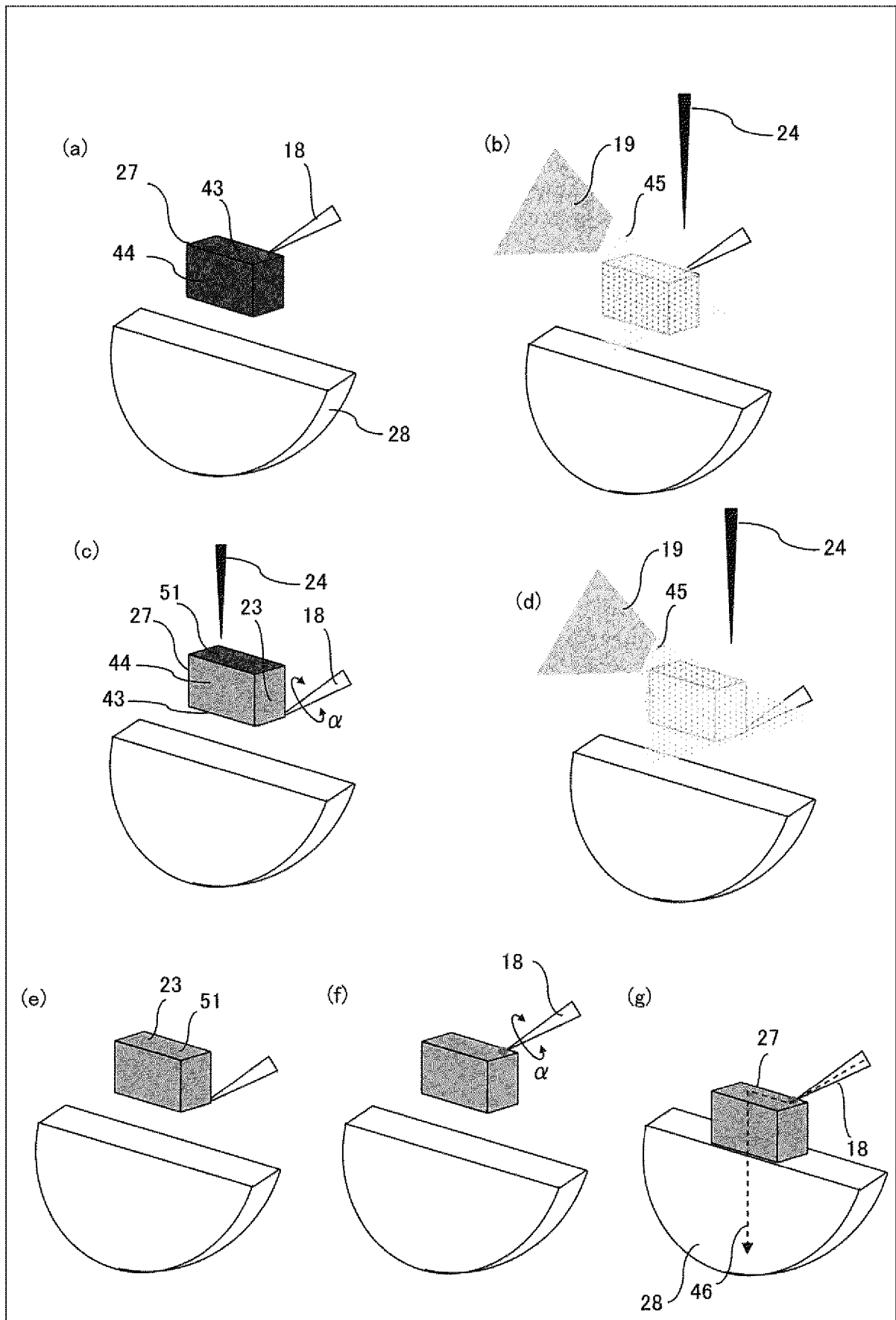
[図8]



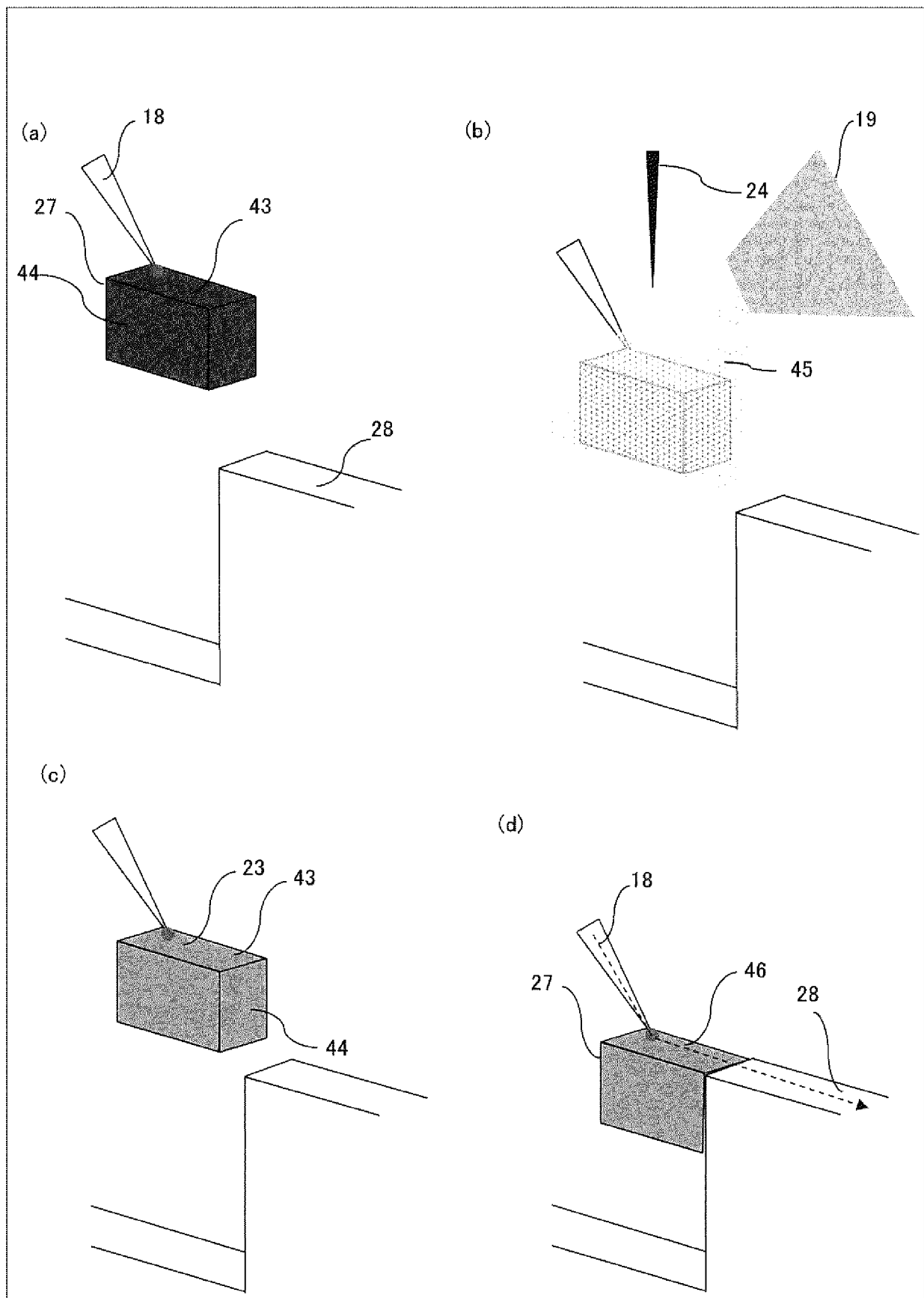
[図9]



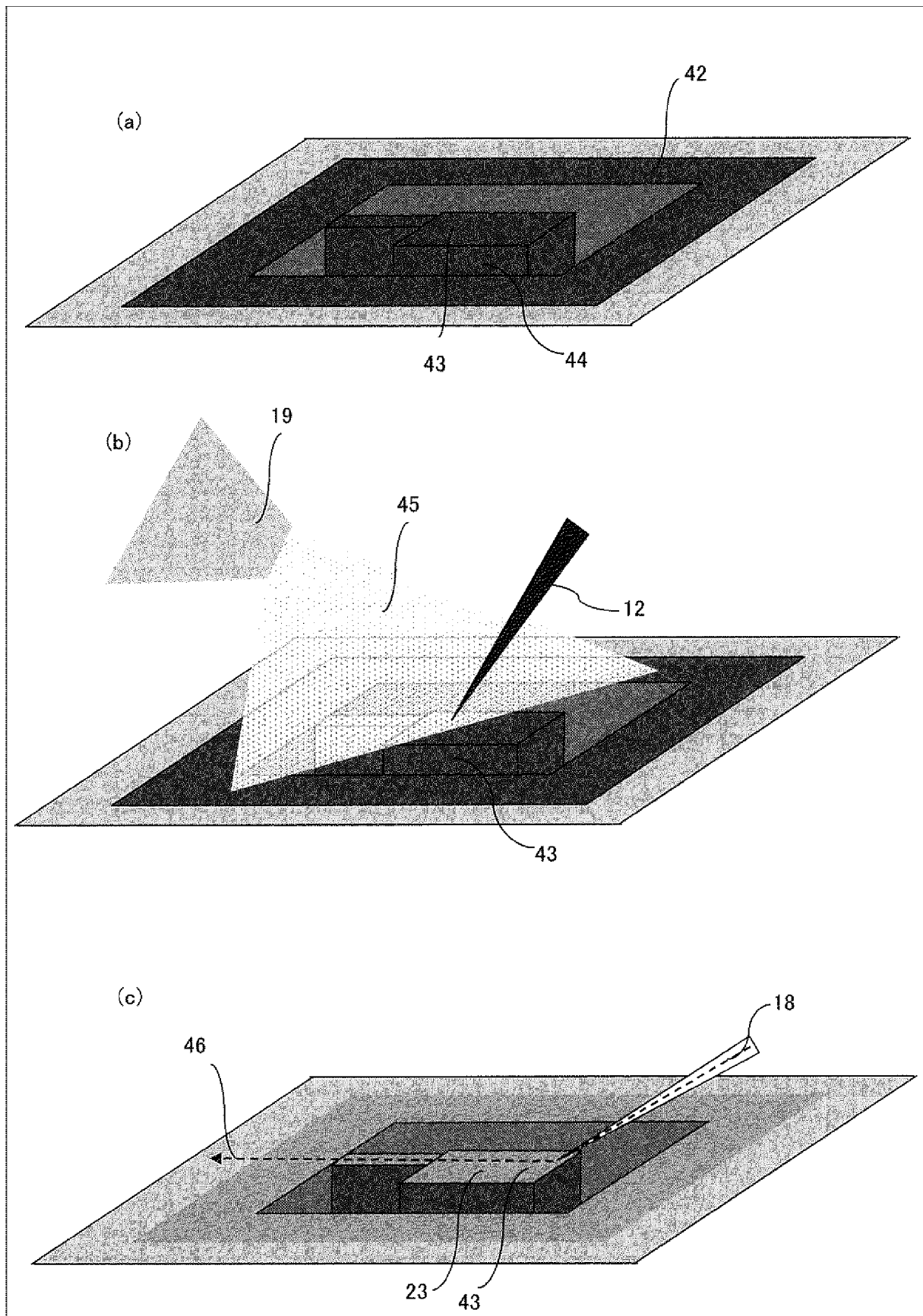
[図10]



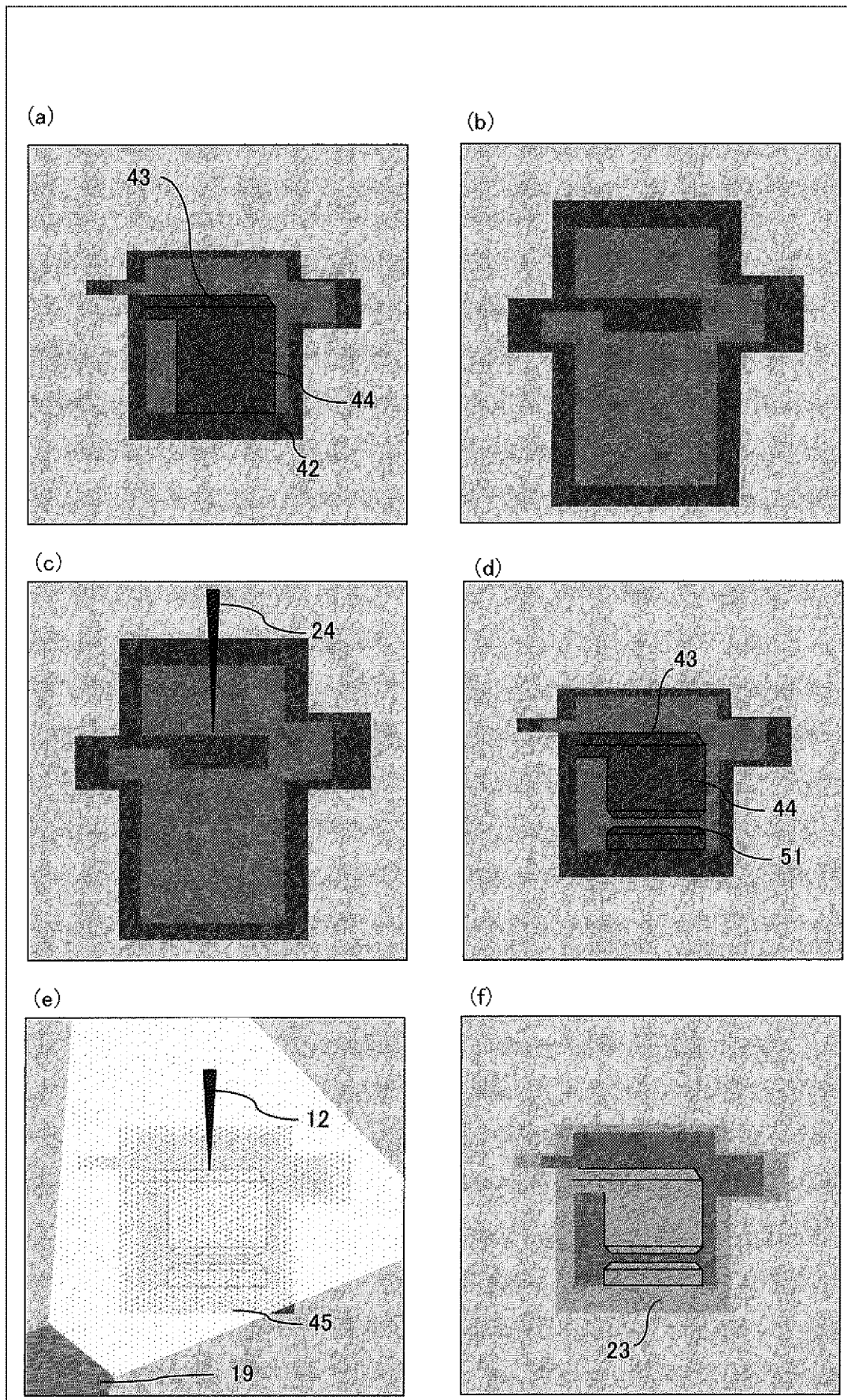
[図11]



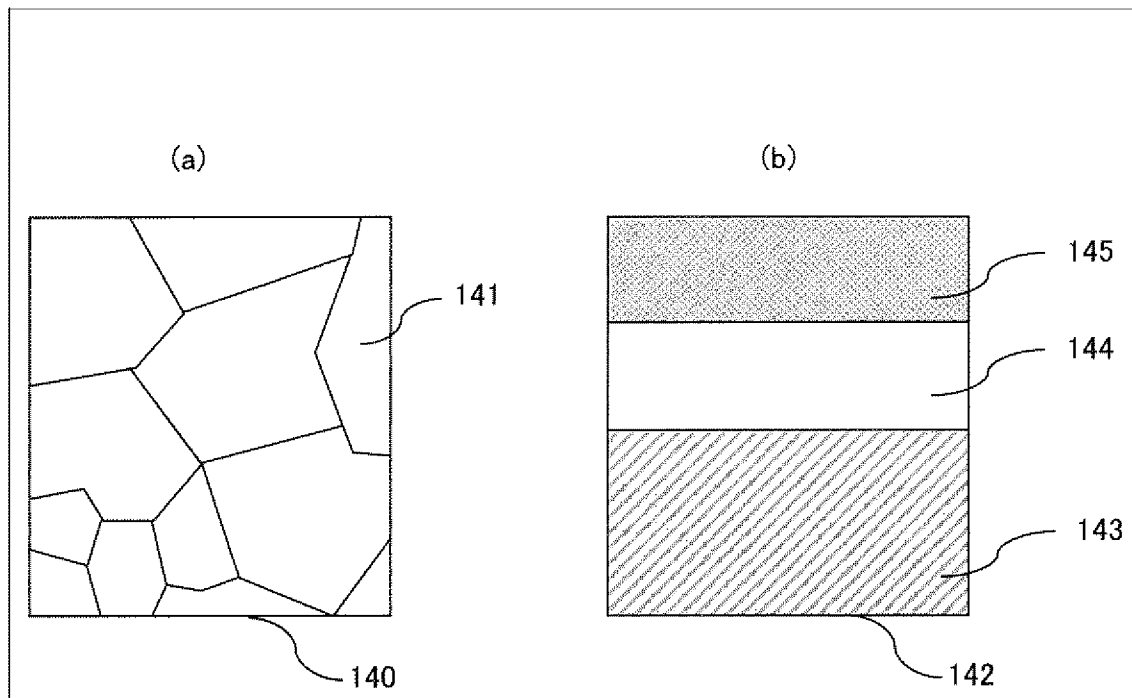
[図12]



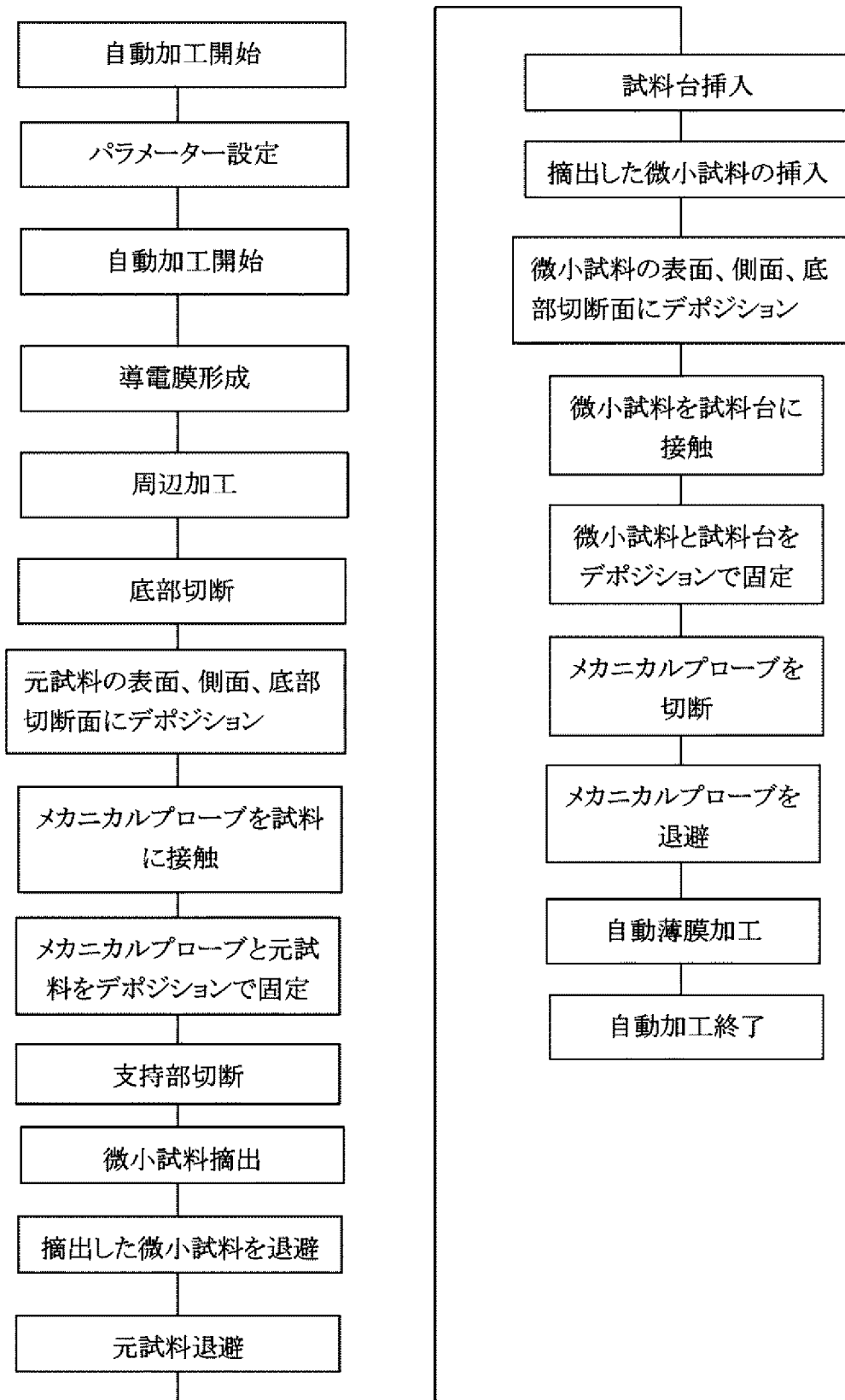
[図13]



[図14]



[図15]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/077453

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01J37/317(2006.01)i, G01N1/28(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)

H01J37/317, G01N1/28

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	1996-2013
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2013	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2013

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	JP 2001-235321 A (Mitsubishi Electric Corp.), 31 August 2001 (31.08.2001), entire text; all drawings & US 6452174 B1	1, 4, 7 2-3, 5-6, 8
Y	JP 2009-224788 A (Hitachi, Ltd.), 01 October 2009 (01.10.2009), entire text; all drawings (Family: none)	2-3, 5-6, 8
Y	JP 2004-245660 A (Seiko Instruments Inc.), 02 September 2004 (02.09.2004), entire text; all drawings & US 2004/0185586 A1	2-3, 5-6, 8

☒ 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
28 November, 2013 (28.11.13)

Date of mailing of the international search report
10 December, 2013 (10.12.13)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/077453

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2010-507882 A (FEI Co.), 11 March 2010 (11.03.2010), paragraphs [0051] to [0054]; fig. 22 to 23 & US 2010/0300873 A1 & EP 2095134 A & WO 2008/049133 A2	3, 6, 8

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. H01J37/317(2006.01)i, G01N1/28(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. H01J37/317, G01N1/28

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 3 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 3 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 3 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	JP 2001-235321 A（三菱電機株式会社）2001.08.31, 全文、全図 & US 6452174 B1	1, 4, 7 2-3, 5-6, 8
Y	JP 2009-224788 A（株式会社日立製作所）2009.10.01, 全文、全図（ファミリーなし）	2-3, 5-6, 8
Y	JP 2004-245660 A（セイコーインスツルメンツ株式会社）2004.09.02, 全文、全図 & US 2004/0185586 A1	2-3, 5-6, 8

☒ 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

2 8 . 1 1 . 2 0 1 3

国際調査報告の発送日

1 0 . 1 2 . 2 0 1 3

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 1 0 0 - 8 9 1 5

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）

遠藤 直恵

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

2 G

3 7 0 1

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	JP 2010-507882 A (エフ・イー・アイ・カンパニー) 2010.03.11, 段落【0051】－【0054】、図22－23 & US 2010/0300873 A1 & EP 2095134 A & WO 2008/049133 A2	3, 6, 8