

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5309552号
(P5309552)

(45) 発行日 平成25年10月9日(2013.10.9)

(24) 登録日 平成25年7月12日(2013.7.12)

(51) Int.Cl.

F 1

HO 1 J	37/26	(2006.01)	HO 1 J	37/26
HO 1 J	37/28	(2006.01)	HO 1 J	37/28
HO 1 J	37/22	(2006.01)	HO 1 J	37/22
			HO 1 J	37/22

C
501 A
502 H

請求項の数 6 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2007-330320 (P2007-330320)
(22) 出願日	平成19年12月21日 (2007.12.21)
(65) 公開番号	特開2009-152120 (P2009-152120A)
(43) 公開日	平成21年7月9日 (2009.7.9)
審査請求日	平成22年8月20日 (2010.8.20)

(73) 特許権者	000005223 富士通株式会社 神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番 1号
(74) 代理人	100091672 弁理士 岡本 啓三
(72) 発明者	宮島 豊生 神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番 1号 富士通株式会社内
(72) 発明者	伊藤 亮治 神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番 1号 富士通株式会社内

審査官 石田 佳久

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】電子線トモグラフィ法及び電子線トモグラフィ装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

構造を評価すべき評価部位と、前記評価部位と一体的に結合した単結晶部位とを有する試料に対し複数の角度から電子線を照射して一連の透過電子線による画像を取得し、これらの画像に基づいて前記評価部位の立体構造を再構築する電子線トモグラフィ法であって、

前記評価部位に前記電子線を照射して透過電子顕微鏡像を取得すると共に前記電子線の照射角度を変化させずに前記単結晶部位に前記電子線を照射して電子線回折像を取得する操作をそれぞれの角度毎に行うことにより、一連の前記透過電子顕微鏡像及び前記電子線回折像を取得する工程と、

前記電子線回折像から前記試料への前記電子線の入射方位を求めて前記透過電子顕微鏡像の各々についての投影方向を決定する工程と、

前記透過電子顕微鏡像の各々についての投影方向の情報を用いて、一連の前記透過電子顕微鏡像の位置合わせを行い、前記評価部位の立体構造を再構築する工程と、

を有することを特徴とする電子線トモグラフィ法。

【請求項 2】

前記電子線回折像は、前記結晶部位に局所的に収束させた電子線を照射したときに観測される収束電子線回折像であることを特徴とする請求項1に記載の電子線トモグラフィ法。

【請求項 3】

10

20

前記試料への前記電子線の入射方位の決定は、前記収束電子線回折像に現れる H O L Z 線又は菊池線のパターンを検出することにより行うことを特徴とする請求項 2 に記載の電子線トモグラフィ法。

【請求項 4】

前記透過電子顕微鏡像は、平行な電子ビームを前記評価部位全体に同時に照射して撮影を行う透過電子顕微鏡像であることを特徴とする請求項 1 に記載の電子線トモグラフィ法。

【請求項 5】

前記透過電子顕微鏡像は、局所的に収束させた電子ビームを前記評価部位上を走査させて取得する走査透過電子顕微鏡像であることを特徴とする請求項 1 に記載の電子線トモグラフィ法。

10

【請求項 6】

構造を評価すべき評価部位と、前記評価部位と一体的に結合した単結晶部位とを有する試料に電子線を照射する電子線照射装置と、

前記試料を保持すると共に、前記試料を少なくとも 1 軸周りに回転させて前記試料への前記電子線の照射角度を変化させることができる試料保持部材と、

前記試料からの透過電子顕微鏡像及び電子線回折像を検出する検出器と、

前記電子線照射装置、前記試料保持部材、及び前記検出器を制御して、前記評価部位に前記電子線を照射して透過電子顕微鏡像を取得すると共に前記電子線の照射角度を変化させずに前記単結晶部位に前記電子線を照射して電子線回折像を取得する操作を複数の角度で行うことにより、一連の透過電子顕微鏡像及び一連の電子線回折像を取得し、前記電子線回折像から前記透過電子顕微鏡像の各々についての投影方向を決定し、その投影方向の情報を用いて前記一連の透過電子顕微鏡像の位置合わせを行い前記評価部位の立体構造を再構築する制御装置と、

20

を備えたことを特徴とする電子線トモグラフィ装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、試料に様々な角度から電子線を照射して取得した 2 次元透過電子顕微鏡画像を基に、試料の微細な 3 次元構造を再構築する電子線トモグラフィ法及び電子線トモグラフィ装置に関する。

30

【背景技術】

【0002】

トモグラフィ法とは、対象物（試料）の投影画像を様々な角度から撮影し、これらの投影画像を基に電子計算機により立体像を構築して、その立体像を観察し、又はその立体像の任意の断面を観察する手法である。例えば、X 線を用いたトモグラフィ法は、医療分野でコンピュータトモグラフィ（CT）法として広く利用されている。

【0003】

近年、ナノメートルオーダーの高い空間分解能で 3 次元立体構造を観察する手法として、透過電子顕微鏡（TEM）又は走査透過電子顕微鏡（STEM）等の電子顕微鏡を用いた電子線トモグラフィ法が注目されている。電子線トモグラフィ法では、電子顕微鏡に備えられた試料傾斜機構を用いて、試料を例えば 1° 間隔で回転（傾斜を増加）させながらそれぞれの角度で電子顕微鏡像（TEM 像又は STEM 像）を撮影して一連の 2 次元投影画像を取得する。この一連（例えば百数十枚）の 2 次元投影画像を基に、再構築演算を行って立体構造を再構築している。

40

【0004】

ところが、高倍率の電子顕微鏡で一連の画像の撮影を行うと、試料を回転させる試料回転機構の精度の制約等から回転軸周りの変位の他に nm オーダ又はそれ以上の並進方向の変位の発生が避けられず、それぞれの電子顕微鏡画像が並進方向にずれ、回転軸の位置も不明となってしまう。したがって、再構築演算に先立って、各電子顕微鏡画像が所定の回

50

転軸を中心に回転するかのごとく各画像の並進方向の位置を調える“回転軸の決定”及び“位置合わせ”を正確に行う必要がある。この回転軸の決定及び位置合わせが正確に行われない場合には、画像がズれたまま立体構造が再構築されてしまう。

【0005】

従来、位置合わせと回転軸の探索のために画像処理を基本とした画像相関法や、予め試料に金コロイド等のマーカ（目印）を分散させておき、このマーカの位置の軌跡から位置合わせと回転軸を決定するマーカ法などが行われていた。ここで、画像相関法とは、参照画像と隣接画像（角度が最も近い画像）との画素データを用いて画像同士の相互相関関数（画像同士の相関の度合いを反映する）を算出し、その相関関数が最大値となるように隣接画像を並進方向に移動させる方法である（非特許文献1）。

10

【0006】

その他、電子顕微鏡を用いた電子線トモグラフィ法に関する技術を開示するものとして特許文献1がある。また、試料及びその調整方法を開示するものとして、特許文献2がある。

【非特許文献1】馬場則男、「電子線トモグラフィ再構成の原理」、顕微鏡、社団法人日本顕微鏡学会、平成16年、第39巻、第1号、p.4-10

【特許文献1】特開平8-292164号公報

【特許文献2】特許第3433634号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

20

【0007】

上述のような従来の技術は、試料の傾斜角度を装置の設定値のみで制御し、これが正しいことを前提として解析した。しかし、試料ホルダの機械的精度等によって、試料の傾斜角度に誤差が入るおそれがあり、透過電子顕微鏡像の投影方向に関する情報の更なる精度向上は困難である。このため、回転軸の決定及び位置合わせを正確に行うことができず、再構築演算精度を上げることができない。

【0008】

本発明の目的は、試料の投影方向に関する情報の精度を向上させることにより、高精度の3次元再構築像を得ることができる電子線トモグラフィ法及び電子線トモグラフィ装置を提供することを目的とする。

30

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明の一観点によれば、構造を評価すべき評価部位と、前記評価部位と一体的に結合した単結晶部位とを有する試料に対し複数の角度から電子線を照射して一連の透過電子線による画像を取得し、これらの画像に基づいて前記評価部位の立体構造を再構築する電子線トモグラフィ法であって、前記評価部位に前記電子線を照射して透過電子顕微鏡像を取得すると共に前記電子線の照射角度を変化させずに前記単結晶部位に前記電子線を照射して電子線回折像を取得する操作をそれぞれの角度毎に行うことにより、一連の前記透過電子顕微鏡像及び前記電子線回折像を取得する工程と、前記電子線回折像から前記試料への前記電子線の入射方位を求めて前記透過電子顕微鏡像の各々についての投影方向を決定する工程と、前記透過電子顕微鏡像の各々についての投影方向の情報を用いて、一連の前記透過電子顕微鏡像の位置合わせを行い、前記評価部位の立体構造を再構築する工程と、を有することを特徴とする電子線トモグラフィ法が提供される。

40

【0010】

すなわち、上記観点では評価すべき評価部位と、この評価部位に対して固定された単結晶部位とを有する試料を用いる。そして、所定の方向から電子線を照射して、評価部位の透過電子顕微鏡像（投影像）を撮り、そのまま試料を回転させずに単結晶部位に電子線を照射して電子線回折像を撮像する。その後、同様な手順で試料の角度（電子線の照射角）を変化させて、試料に様々な角度から電子線を照射して一連の透過電子顕微鏡像及び電子線回折像を取得する。そして、単結晶からの電子線回折像をもとに試料の角度（電子線の

50

角度)を求ることにより、一連の透過電子顕微鏡像の各々について、正確な投影方向を求ることができる。その後、求めた投影方向に基づいて、一連の透過電子顕微鏡像のそれぞれについて回転軸の決定及び位置合わせを行い、立体構造の再構築演算を行う。

【0011】

上記観点の電子線回折像として収束電子線回折像から H O L Z 線又は菊池線を抽出して H O L Z 線又は菊池線のパターンを検出すれば、少なくとも 0.05 度の精度で試料の投影方向を求ることができる。

【0012】

このように、上記観点によれば正確に決定された試料の投影方向に基づいて、位置合わせ、回転軸決定、及び再構築演算といった再構築演算を行うため、立体構造をより高精度で再構築することができる。

10

【発明を実施するための最良の形態】

【0013】

以下、本発明の実施形態について、添付の図面を参照して説明する。

【0014】

(電子線トモグラフィ装置)

以下、図 1 を参照しつつ、本発明の実施形態に係る電子線トモグラフィ装置 10 について説明する。ここに、図 1 は、本発明の実施形態に係る電子線トモグラフィ装置の構成を示すブロック図である。

20

【0015】

図 1 に示すように、実施形態に係る電子線トモグラフィ装置 10 は走査透過電子顕微鏡 11、制御装置 12 及び解析装置 13 を備えている。以下各部の構成についてさらに説明する。

20

【0016】

走査透過電子顕微鏡 11 は、電子銃 15、収束レンズ 17、18、レンズ絞り 19、走査コイル 20、対物レンズ 21、環状暗視野検出器 22、CCD カメラ 23 を備えている。

【0017】

電子銃 15 は、制御装置 12 からの信号に応じた加速電圧で電子を加速し、電子線として出力する。電子銃 15 の下方には、例えば 2 段の収束レンズ 17、18 が配置されている。これらの収束レンズ 17、18 は、制御装置 12 からの信号に応じて、電子銃 15 から放出された電子線から、所望の大きさ且つ所望の電流の電子線のプローブを形成する。

30

【0018】

収束レンズ 17、18 の下方には、収束レンズ絞り 19 が配置されている。収束レンズ 17、18 により形成された電子線のプローブは不要な広がり部分を持つため、この収束レンズ絞り 19 により不要な広がり部分をカットする。

【0019】

収束レンズ絞り 19 の下方には、走査コイル 20 及び対物レンズ 21 が設けられている。走査コイル 20 は、制御装置 12 からの信号に応じて、後述する試料ホルダ 6 に取り付けられた評価部位 3a 又は単結晶部位 3b (後述) の表面上を電子線 90 が走査するように電子線を屈折する。対物レンズ 21 は、制御装置 12 からの信号に応じて、評価部位 3a 及び 4 の表面で焦点が合うように電子線 90 を屈曲する。

40

【0020】

対物レンズ 21 により屈曲された電子線 90 は収束されて試料 3 (後述) に照射される。試料ホルダ 6 は、少なくとも 1 軸周りに回転可能になっており、制御装置 12 の信号に応じて取り付けられた試料 3 を所望の角度に傾けることができる。試料 3 の下方には、環状暗視野検出器 22 及び CCD カメラ 23 が設けられている。

【0021】

環状暗視野検出器 22 は試料 3 の評価部位 3a (図 4 参照) を透過する電子線を検出する。収束電子線で評価部位 3a を走査すると透過した電子線が環状暗視野検出器 22 で検

50

出されるので、環状暗視野検出器 2 2 で継続的に電子線を検出し続けることにより評価部位 3 a の走査透過電子顕微鏡像が得られる。環状暗視野検出器 2 2 を用いることにより、結晶性試料を観察する場合であっても、結晶による回折像の影響を少なくすることができ、より正確な走査透過電子顕微鏡像が得られる。

【 0 0 2 2 】

C C D カメラ 2 3 は、環状暗視野検出器 2 2 の内側を通過する電子線を検出するものであり、具体的には単結晶部位 3 b (図 4 参照) の電子線回折像を検出する。尚、 C C D カメラ 2 3 に変えてフィルム等の他の画像検出手段を用いる構成としてもよい。

【 0 0 2 3 】

解析装置 1 3 は環状暗視野検出器 2 2 及び C C D カメラ 2 3 により取得された走査透過電子顕微鏡像および電子線回折像を画像処理する。解析装置 1 3 により、各走査透過電子顕微鏡像の投影方位の決定、回転軸の決定、位置合わせ及び、再構築演算が行われ、評価部位 3 a の立体構造が再構築される。

【 0 0 2 4 】

(試料、支持膜及び試料ホルダ)

以下、図 2 乃至図 5 を参照しつつ、本発明の実施形態に係る電子線トモグラフィ装置 1 0 に使用する試料 3 、支持膜 5 及び試料ホルダ 6 について説明する。ここに、図 2 は、試料ホルダの一例を示す斜視図である。図 3 は、試料の運搬及び試料ホルダへの固定のために使用する支持膜の一例を示す斜視図である。図 4 は、実施形態に係る試料及び単結晶並びに照射電子線の様子を示す模式図である。図 5 (a) は、支持膜上に取り付けた試料の一例を示す走査電子顕微鏡像を示す図であり、図 5 (b) は、図 5 (a) に示す試料を収束イオンビームにより薄層化したものを撮像した走査透過電子顕微鏡像を示す図である。

【 0 0 2 5 】

図 2 に示すように、試料ホルダ 6 は、棒状に伸びる部材からなる。その先端側には窓部 6 a が設けられている。この窓部 6 a の上には試料 3 が固定された支持膜 5 (図 3 参照) が配置される。試料ホルダ 6 は、電子線が窓部 6 a を通って検出器 2 2 、 2 3 に到達するように走査透過電子顕微鏡 1 1 内に配置される。試料ホルダ 6 は矢印 B に示すように 1 軸周りに回転することができ、試料 3 に照射される電子線の角度を 1 軸周りに変化させることができる。尚、本実施形態に使用する試料ホルダはこれに限定されるものではなく、評価部位 3 a に対して 2 軸又は 3 軸周りに回転させる構成としてもよい。市販されている試料ホルダとして、例えば、 Fischione Instrument 社製モデル 2 0 0 0 シリーズトモグラフィ試料ホルダ等を使用できる。

【 0 0 2 6 】

評価部位 3 a (及び単結晶部位 3 b) は、支持膜 5 上に固定される。支持膜 5 は、図 3 に示すように、切り欠きを有する直径 3 mm 程度の円盤状の薄板であり、測定中のチャージアップを防止する観点から導電性を有する銅、モリブデン、ステンレス等の金属膜から構成される。切り欠き部分の平面 5 a 上に評価部位 3 a 及び単結晶部位 3 b が配置される。

【 0 0 2 7 】

本実施形態の電子線トモグラフィ法に使用する試料 3 は、図 4 に示すように、評価を行うべき評価部位 3 a とそれに隣接する単結晶部位 3 b とが一体的に結合するように形成されている。評価部位 3 a 及び単結晶部位 3 b は、電子線が透過する方向の厚さ D が数十 nm ~ 数百 nm となるように形成されている。単結晶部位 3 b は、例えば S i 単結晶等で構成され、収束された電子線 9 0 の照射により、透過電子線 9 2 は収束電子線回折 (C B E D ; Convergent Beam Electron Diffraction) 像を生ずる。

【 0 0 2 8 】

図 4 に示す試料 3 (評価部位 3 a 及び単結晶部位 3 b) は例えばマイクロサンプリング法 (特許文献 2 等参照) により作製される。一例として以下のように作製することができる。まず、 S i 単結晶基板に収束イオンビーム (Focused Ion Beam ; F I B) を照射して数 μ m 角の S i (単結晶部位 3 b) を切り出し、この S i (単結晶部位 3 b) を C u 等で

10

20

30

40

50

できた支持膜 5 の平面 5 a 上に固定する。次に、評価すべき試料 4 を S i 単結晶と同様な手法で切り出し、その評価部位 3 a を単結晶部位 3 b の上に固定する。これにより、図 5 (a) に示すように、平面 5 a の上に評価部位 3 a 及び単結晶部位 3 b の塊が固定される。

【 0 0 2 9 】

次に、支持膜 5 上に固定した評価部位 3 a と単結晶部位 3 b に収束イオンビームを照射して、図 4 に示すような、電子線トモグラフィ法に適した大きさ (数十 nm ~ 数百 nm) 及び形状 (円柱状又は薄板状) に加工して、評価部位 3 a 及び単結晶部位 3 b の作製が完了する。必要に応じて、試料 3 の表面にマーカとしての金コロイド粒子を分散させてもよい。

10

【 0 0 3 0 】

尚、上述の例では、支持膜 5 の上に単結晶部位 3 b を配置し、その上に評価部位 3 a を固定した例を示したが、その逆に、評価部位 3 a を支持膜 5 上に配置しその上に単結晶部位 3 b を固定する構成としてもよい。また、半導体装置等のように、電子顕微鏡の観察視野範囲内にシリコン基板等の単結晶部位が存在する場合には、評価部位 3 a と単結晶部位 3 b とを別々に切り出して張り合わせる必要はない。

【 0 0 3 1 】

(測定手順)

以下、図 6 を参照しつつ、本発明の実施形態に係る電子線トモグラフィ法の走査透過電子顕微鏡像及び収束電子線回折像の取得手順について説明する。ここに、図 6 は、実施形態に係る電子線トモグラフィ法において、一連の電子顕微鏡画像及び電子線散乱像を取得する手順を示すフロー図である。

20

【 0 0 3 2 】

本実施形態の電子線トモグラフィ法では、様々な角度から撮影した走査透過電子顕微鏡像を取得する。この走査透過電子顕微鏡像の取得は図 6 に示すように行うことができる。

【 0 0 3 3 】

まず、試料 3 を取り付けた試料ホルダ 6 を走査透過電子顕微鏡装置にセットし、走査透過電子顕微鏡の観察条件の設定及び光軸調整を行う (ステップ S 2 0)。

【 0 0 3 4 】

次に、評価部位 3 a の表面を収束した電子線で走査しながら、透過した電子線 9 1 を環状暗視野検出器 2 2 で検出することにより、走査透過電子顕微鏡像 (S T E M 像) を取得する (ステップ S 3 0)。その後、試料ホルダ 6 を回転させずに、すなわち、試料 3 (評価部位 3 a 及び単結晶部位 3 b) の角度を変えずに、収束させた電子線を単結晶部位 3 b の所定の箇所に一定時間照射して、透過した電子線 9 2 を C C D カメラ 2 3 で検出して単結晶部位 3 b の収束電子線回折 (C B E D) 像を取得する (ステップ S 4 0)。

30

【 0 0 3 5 】

次に、試料ホルダ 6 を所定の角度 (例えば 1 度) だけ回転させる (ステップ S 5 0)。そして、設定された角度範囲内での走査透過電子顕微鏡像及び収束電子線回折像の取得が完了しているか判断し (ステップ S 6 0)、完了していない場合には (N O) ステップ S 3 0 に戻り、完了している場合には (Y E S) 走査透過電子顕微鏡 1 0 による測定を終了する。

40

【 0 0 3 6 】

以上の処理により、試料を様々な角度から投影した一連の走査透過電子顕微鏡像及び収束電子線回折像を取得できる。

【 0 0 3 7 】

(データ解析)

以下、図 7 及び図 8 を参照しつつ、本発明の実施形態に係る電子線トモグラフィ法の画像データの処理手順について説明する。ここに、図 7 は、実施形態に係る電子線トモグラフィ法のデータ解析手順を示すフロー図である。図 8 は、シリコン単結晶に収束電子線を照射したときに観察される H O L Z 線の角度依存性を計算により求めた結果を示す図であ

50

る。

【0038】

本実施形態に係る画像データ処理は、図7に示すように、まず、取得した一連の収束電子線回折(CBED)像から、高次ラウエゾーン線(HOLZ線:High Order Laue Zone)を抽出する(ステップS70)。次に、検出されたHOLZ線を計算結果から求めたHOLZ線と対比して、その収束電子線回折像取得時の電子線の照射角を求める(ステップS80)。HOLZ線は、例えばSi単結晶の(110)面に垂直な方向を0度として、傾斜角を増大させながら収束電子線を照射すると、図8に示すような像を生じ、電子線の入射角に応じてその像が変化する。このHOLZ線の像を検出することにより、試料への電子線の入射角を少なくとも0.05度の精度で判別することができ、評価部位3aと電子線との角度を正確に決定することができる。これにより、評価部位3a上で電子線を走査して得られた走査透過電子顕微鏡像が、評価部位3aをどの角度から観察しているかといった、投影方向を厳密に決定することができる(ステップS90)。

【0039】

次に、一連の走査透過電子顕微鏡像について、投影方向の情報と、画像処理を併用して、回転軸の探索及び位置合わせを行う(ステップS100)。回転軸の探索及び位置合わせの手法は、例えば以下の方法で行うことができる。

【0040】

位置合わせは、まず0度の走査透過電子顕微鏡像を参照画像に用い、それとプラス方向又はマイナス方向の最初の(最も角度差の小さな)回転画像との間で画像相関処理を行う(非特許文献1参照)。この画像相関処理では、回転画像側を参照画像との角度差分だけ回転させた後、参照画像と回転画像との相関関数を求め、その相関関数が最大となるように回転画像側を並進移動させる。次に、この位置合わせができた回転画像を参照画像に用い、最も角度差の小さな別の回転画像との間で画像相関処理を行う。このようにして一連の走査透過電子顕微鏡像の全てについて位置合わせを行うことができる。従来の画像相関法では、角度ズレ量を変数として相関関数を計算していたが、本実施形態の電子線トモグラフィ法によれば、試料3の傾斜角度及び角度ズレを測定により求めた値に固定して相関関数を計算することができるため、位置合わせの精度が向上する。

【0041】

回転軸の決定は、まず、各投影方向の走査透過電子顕微鏡像から複数の特徴点を自動的に検出する。次に、この特徴点にステレオ視差測定法を適用することにより、各対応点の3次元座標を求める。そして対応点の軌跡を求め、この軌跡の誤差が最小の点として求めることができる(非特許文献1参照)。上述のように本実施形態の電子線トモグラフィ法によれば、試料3の傾斜角度が正確に求まるため、ステレオ視差測定法で求めた各対応点の3次元座標を正確に求めることができ、より高精度に回転軸を求めることができる。

【0042】

最後に、位置合わせされた一連の走査透過電子顕微鏡像及び回転軸及び投影方向の情報に基づいて評価部位3aの立体構造の再構築演算を行う(ステップS110)。尚、再構築演算については、非特許文献1や特許文献1等に記載された手法で行うことができる。

【0043】

尚、本実施形態は上述の例に限られず、収束電子線回折像から菊池線を抽出して菊池線のパターンを用いて単結晶部位3bへの電子線の照射角を求めるようにしてもよい。ここに、図9はシリコン単結晶に収束電子線を照射したときに観察される菊池線の角度依存性を計算により求めた結果を示す図である。単結晶部位3bとしてのシリコン単結晶の(110)面に垂直な方向を0度とし、傾斜角を増大させながら収束電子線を照射したときに観測される菊池線は、図9に示すような像を生じ、電子線の入射角に応じてその像が変化する。これにより、単結晶部位3bへの収束電子線回折像から得られる菊池線のパターンを検出することによって少なくとも0.05度程度の精度で単結晶部位3bへの電子線の照射角度、すなわち、評価部位3aの投影方向を決定することができる。

【0044】

10

20

30

40

50

以上のように本実施形態の電子線トモグラフィ法によれば、評価部位3aに固定された単結晶部位3bの収束電子線回折像からHOLZ線又は菊池線を検出してこれに基づいて、評価部位3aの走査電子顕微鏡像の投影方向を正確に（少なくとも0.05度精度で）決定することができる。また、試料3が支持膜5に傾いて固定されてしまった場合や、回転軸が試料3の内部に存在せずに偏心している場合（試料3がきれいに回転していない場合）でも収束電子線回折像を用いて正確な投影方向を得ることができるため、その透過電子顕微鏡画像を立体構造の解析に利用することができる。

【0045】

したがって、試料傾斜角度の決定、位置合わせ、回転軸の決定をより正確に行うことができ、再構築演算の精度が向上し、より精度の高い立体像を得ることができる。

10

【0046】

（その他の実施形態）

上記の実施形態では、評価部位3a及び単結晶部位3bを1軸周りに回転させて、走査電子顕微鏡像及び収束電子線回折像を取得していたが、本発明はこれに限定されるものではなく、試料を2軸又は3軸周りに回転させて走査電子顕微鏡像及び収束電子線回折像を取得する構成としてもよい。これにより、走査透過電子顕微鏡像を取得できる角度領域が増大し、情報欠落領域を減少させることができる。

【0047】

また、上記実施形態の走査電子顕微鏡装置11では、評価部位3aに収束した電子線を照射して透過した電子を環状暗視野検出器によって検出する構成としていたが、これ以外にも、評価部位3a全体に同時に電子線を照射して透過電子顕微鏡像をCCDカメラ等で取得する構成して透過電子顕微鏡像を得る構成としてもよい。

20

【0048】

また、上記実施形態では試料3と電子線の照射角を決定するために、単結晶部位3bの収束電子線回折像を用いていたが、これに変えて、単結晶部位3bに収束していない電子線を照射して得られる、スポット状の通常の電子線回折像を用いて電子線の照射角を決定する構成としてもよい。この場合には、収束電子線回折像を用いて決定する場合よりも角度精度が低下するが、試料3の投影方向を画像処理を行わずに決定することができる。

【図面の簡単な説明】

【0049】

30

【図1】図1は、本発明の実施形態に係る電子線トモグラフィ装置の構成を示すブロック図である。

【図2】図2は、実施形態に係る電子線トモグラフィ装置に使用する試料ホルダの外観を示す斜視図である。

【図3】図4は、実施形態の試料を取り付ける支持膜の一例を示す斜視図である。

【図4】図3は、走査透過電子顕微鏡像と収束電子線回折像の撮像方法を示す模式図である。

【図5】図5(a)は、支持膜上に試料を取り付けた段階の走査電子顕微鏡像の一例を示す図であり、図5(b)は、図5(a)に示す試料を収束イオンビームにより薄層化した後、走査透過電子顕微鏡で撮像した画像の一例を示す図である。

40

【図6】図6は、実施形態に係る電子線トモグラフィ法の手順を示すフロー図である（その1）。

【図7】図7は、実施形態に係る電子線トモグラフィ法の手順を示すフロー図である（その2）。

【図8】図8は、シリコン単結晶に収束電子線を照射したときに観察されるHOLZ線の角度依存性を計算により求めた結果を示す図である。

【図9】図9は、シリコン単結晶に収束電子線を照射したときに観察される菊池線の角度依存性を計算により求めた結果を示す図である。

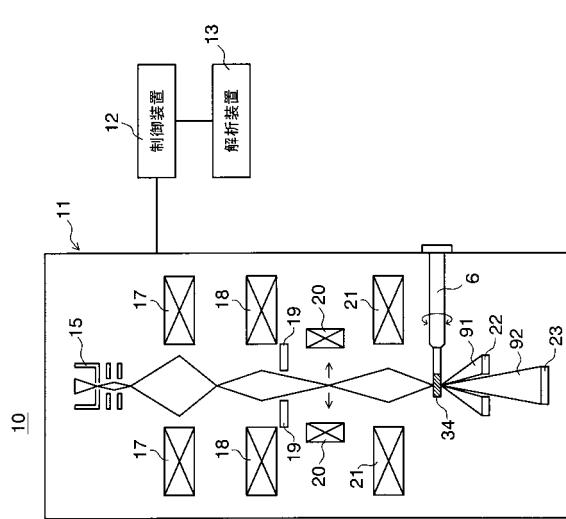
【符号の説明】

【0050】

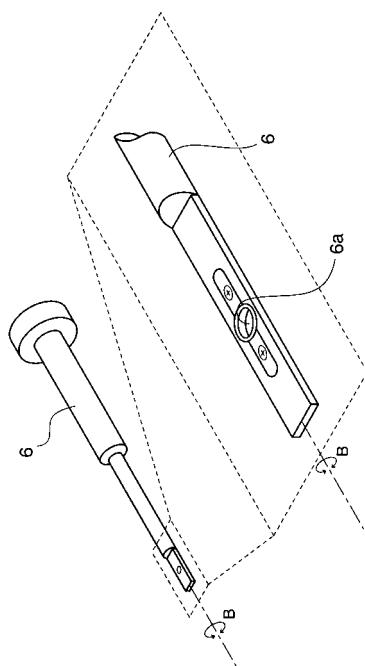
50

3 … 試料、 3 a … 評価部位、 3 b … 単結晶、 5 … 支持膜、 5 a … 断面、 6 … 試料ホルダ、 6 a … 窓部、 10 … 電子線トモグラフィ装置、 11 … 走査透過電子顕微鏡、 12 … 制御装置、 13 … 解析装置、 15 … 電子銃、 17 … 収束レンズ、 18 … 収束レンズ、 19 … 収束レンズ、 20 … 収束レンズ、 21 … 対物レンズ、 22 … 環状暗視野検出器、 23 … C C D カメラ、 90 … 電子ビーム、 91 … 透過電子線、 92 … 回折電子線。

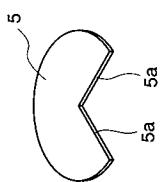
【図 1】



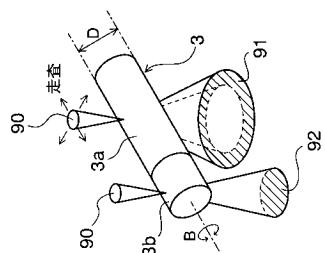
【図 2】



【図3】



【図4】



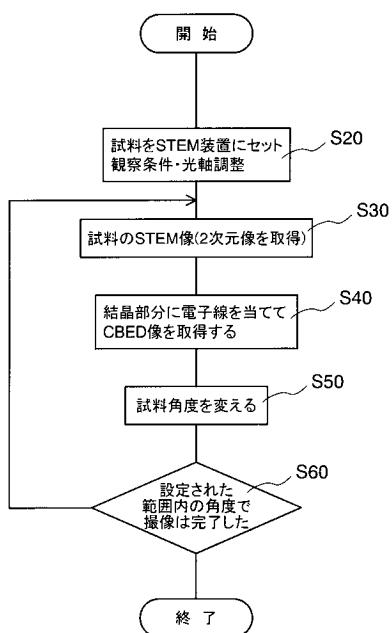
【図5】



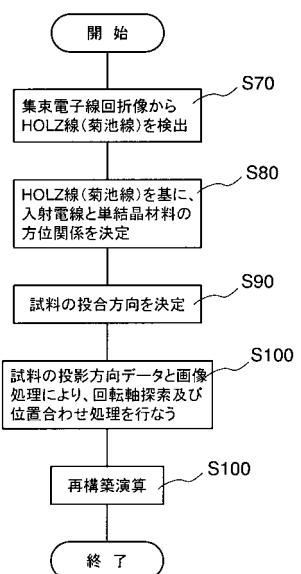
(a)

(b)

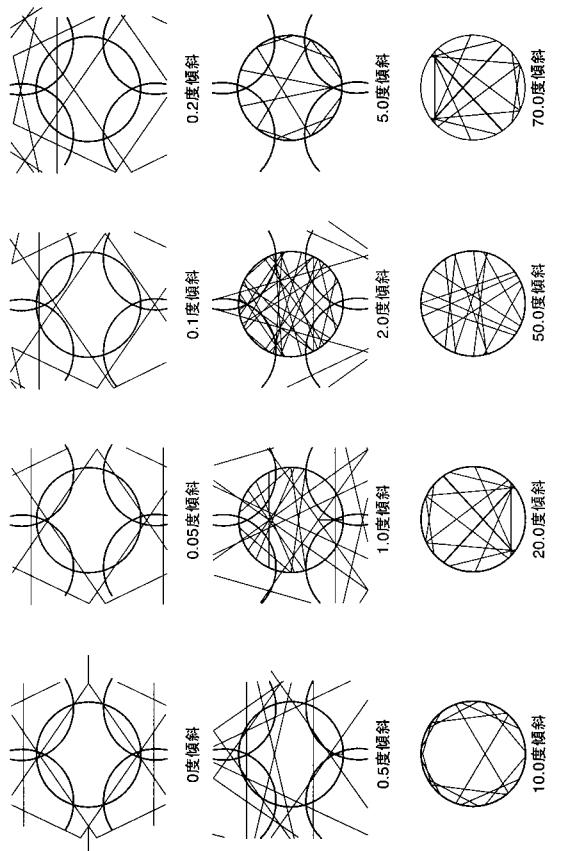
【図6】



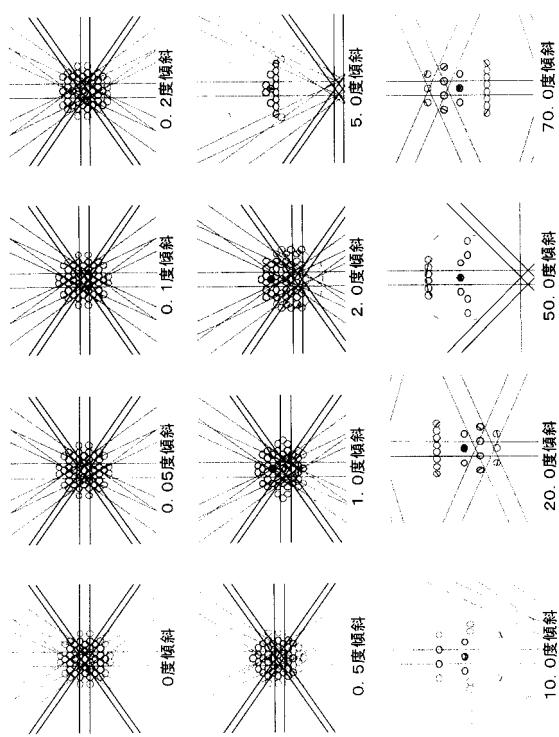
【図7】



【図8】



【図9】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開平09-213253(JP,A)
特開平10-214587(JP,A)
特開平07-006725(JP,A)
特開平03-246861(JP,A)
特開2004-111839(JP,A)
特開平08-292164(JP,A)
特開2005-019218(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01J 37/26
H01J 37/22
H01J 37/28