(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 8 月 4 日(04.08.2016)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2016/121079 A1

(51) 国際特許分類:
H01J 37/30 (2006.01) *H01J 37/28* (2006.01)
H01J 37/22 (2006.01) *H01J 37/305* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2015/052613

(22) 国際出願日: 2015 年 1 月 30 日(30.01.2015)

(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: 塩野 正道 (SHIONO Masamichi); 〒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). 岩谷 徹 (IWAYA Toru); 〒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). 高須 久幸 (TAKASU Hisayuki); 〒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)）

WO 2016/121079 A1

(54) **Title**: ELECTRON MICROSCOPE EQUIPPED WITH ION MILLING DEVICE, AND THREE-DIMENSIONAL RECONSTRUCTION METHOD

(54) 発明の名称 : イオンミリング装置を備えた電子顕微鏡、および三次元再構築方法

[図1]

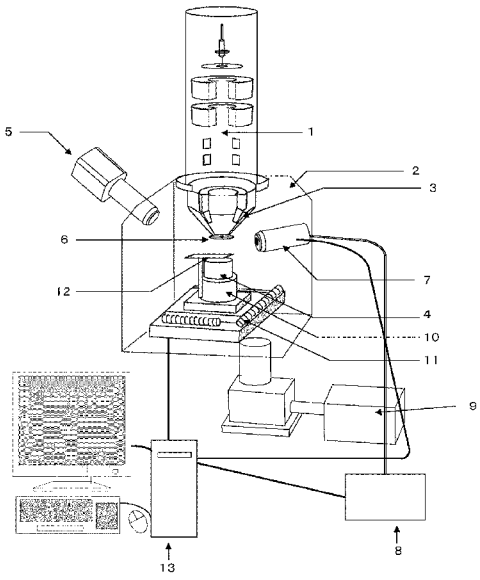

図1

(57) **Abstract**: In this invention, an ion milling process and an electron microscopy observation are performed iteratively using an electron microscope equipped with an ion milling device to acquire a three-dimensional reconstruction image. Preferably, processing depth information for successive ion milling image cross sections is modified according to such conditions as the eroding rate of the ion milling process. In addition, preferably, the processing depth information is calibrated on the basis of an eroding rate obtained by subjecting a calibration sample to the ion milling process. In this manner, on the basis of highly accurate processing depth information and successive ion milling images with no visual field deviation, a highly accurate three-dimensional reconstruction image can be acquired for a wide region, which is difficult by FIB/SEM tomography method, or the like.

(57) 要約: イオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡によりイオンミリング加工と電子顕微鏡観察を繰り返し行い、三次元再構築画像を取得する。好ましくは、イオンミリング加工の削剥レートなどの条件に応じて連続イオンミリング画像断面の加工深さ情報を修正する。また、好ましくは、加工深さ情報は、キャリブレーション用試料をイオンミリング加工して得られた削剥レートに基づき校正される。これにより、ＦＩＢ／ＳＥＭトモグラフィー法などでは困難な広領域について、視野ずれのない連続イオンミリング画像と、高精度な加工深さ情報に基づき、高精度な三次元再構築画像を取得できる。

明　細　書

発明の名称 ：

イオンミリング装置を備えた電子顕微鏡、および三次元再構築方法

技術分野

[0001] 本発明は、イオンミリング装置を備えた電子顕微鏡に関する。また、イオンミリング加工と電子顕微鏡観察を繰り返し行い、取得された試料の連続イオンミリング画像から三次元再構築する方法に関する。

背景技術

[0002] 三次元再構築と呼ばれる、二次元の画像データを積層して三次元のデータを構築する手法がある。三次元再構築は、対象物の内部構造を感覚的に理解できる有効なツールであり、３Ｄプリンターを用いれば、三次元のデータから立体模型を作ることもできる。

[0003] 三次元再構築の一つとして、試料の連続切片を走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）で観察し、三次元再構成する手法がある。非特許文献１では、ＳＥＭの試料室内にミクロトームを設置し、試料室内でミクロトームにより連続断面を作製し、連続断面画像を取得する。また、非特許文献２では、ｅｘｃｉｍｅｒ　ｌａｓｅｒにより連続断面を作製している。

[0004] １～１００μｍの大きさの領域の三次元データを得る手法としてはＦＩＢ／ＳＥＭトモグラフィーがある。ＦＩＢ（Ｆｏｃｕｓｅｄ　Ｉｏｎ　Ｂｅａｍ）法は細く絞ったイオンビームを試料に照射し、試料表面の原子を弾き飛ばすスパッタリング現象を利用して、試料を削剥する手法であり、非特許文献３では、ＦＩＢ法による試料表面の削剥と、ＳＥＭによる画像取得を交互に行い、三次元再構成している。

[0005] ＦＩＢ法とは異なり、集束されていない、ブロードなイオンビームを試料に照射するイオンミリング加工は、ＦＩＢ法よりも広範囲を削剥できる。非特許文献４では、イオンミリング加工とＳＥＭ観察を交互に繰り返して、三次元再構築している。

[0006] 国際公開第２０１２／０６０４１６（特許文献１）では、イオンミリング装置の加工観察窓の上部に電子顕微鏡を設置し、イオンミリング加工の途中で、加工の進捗を確認している。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：国際公開第２０１２／０６０４１６

非特許文献

[0008] 非特許文献1：大野伸彦、SBF－SEMを用いた３次元微細構造観察のターゲットと試料作製、日本顕微鏡学会第７０回記念学術講演会、発表要旨集、Ｐ４９、２０１４

非特許文献2：金丸孝昭、興雄司、腎生検診断用自動観察SEMの開発、日本顕微鏡学会第７０回記念学術講演会、発表要旨集、Ｐ４８、２０１４

非特許文献3：太田啓介、中村桂一郎、SEM連続断面作成法におけるFIB／SEMトモグラフィー法の特徴、日本顕微鏡学会第７０回記念学術講演会、発表要旨集、Ｐ４６、２０１４

非特許文献4：塩野 正道、稲木 由紀、連続断面加工・SEM観察法による生物試料の三次元構築、日本顕微鏡学会第６９回記念学術講演会、発表要旨集（デジタルファイル）、２０１３

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] 本願発明者が、イオンミリング加工とＳＥＭ観察を交互に繰り返し、ＦＩＢ／ＳＥＭトモグラフィー法では困難な広領域について、高精度に三次元再構築することについて鋭意検討した結果、次の知見を得るに至った。

[0010] 非特許文献１や非特許文献２では、広領域（１ｍｍ程度）を三次元再構築できるが、非特許文献１のミクロトームでは、金属、セラミックまたはセメントなどの硬い素材の切削には適さず、また非特許文献２では、対象となる試料が生体組織に限られており、三次元再構築できる試料が限られるという

問題がある。

[0011] 非特許文献３では、ＦＩＢ法による削剥面の大きさは最大で１００μｍ程度であり、１００μｍ以上の大きさの試料解析には不十分である。

[0012] 非特許文献４では、イオンミリング専用の装置と電子顕微鏡を別個に使用しており、試料が２種の装置の間を移動する。このため、電子顕微鏡の試料ホルダに試料を再設置する必要があり、連続イオンミリング画像に視野ずれが生じる問題がある。視野ズレを補正するためには、連続したＳＥＭ画像のなかで共通して見えている構造を手がかりに、コンピューターソフトや手動で位置を合わせる必要があったが、連続したＳＥＭ画像のなかに連続した構造がない場合には視野ずれを補正する手段がない。

[0013] また、ＳＥＭ観察を繰り返し連続的に行うことにより得られた１００枚から１万枚のＳＥＭ画像から立体形状を再構築するためには、Ｘ軸、Ｙ軸およびＺ軸の座標を数値データとして得る必要がある。Ｘ軸およびＹ軸の座標は、ＳＥＭ画像のＸ軸およびＹ軸方向の長さから計測できるが、非特許文献４では、Ｚ軸方向の長さを測定する方法がない。非特許文献３のＦＩＢ／ＳＥＭトモグラフィー法では、ＦＩＢ法によるイオンビームは集束しているので、１０ｎｍ程度の精度で削剥する厚さを制御でき、ＳＥＭの分解能の精度で削剥された厚さを計測することもできるが、集束されていない、ブロードイオンビームを用いる非特許文献４では、削剥する厚さを高精度に制御することは困難であり、ＳＥＭにより削剥された厚さを計測することもできない。

[0014] 特許文献１では、イオンミリング加工の途中で、加工の進捗を確認するだけであり、連続イオンミリング画像の取得や、三次元再構築は行われていない。また、イオン源と電子顕微鏡が垂直配置されており、試料を傾斜させずに加工面を電子顕微鏡で垂直観察することはできない。

[0015] 本発明の目的は、視野ズレを回避しながらイオンミリング加工とＳＥＭ観察を交互に繰り返し、ＦＩＢ／ＳＥＭトモグラフィー法などでは困難な広領域について、高精度に三次元再構築することに関する。

課題を解決するための手段

[0016] 本発明では、イオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡によりイオンミリング加工と電子顕微鏡観察を繰り返し行い、三次元再構築画像を取得する。好ましくは、イオンミリング加工の掘削レートなどの条件に応じて連続イオンミリング画像の加工面の深さ情報を修正する。また、好ましくは、深さ情報は、キャリブレーション用試料をイオンミリング加工して得られた削剥レートに基づき校正される。

発明の効果

[0017] 本発明によれば、ＦＩＢ／ＳＥＭトモグラフィー法などでは困難な広領域について、視野ずれのない連続イオンミリング画像と、高精度な加工深さ情報に基づき、高精度な三次元再構築画像を取得できる。

図面の簡単な説明

[0018] [図1]イオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡の全体構成図

[図2]ブロードイオンビームを照射しているときの試料室内の説明図

[図3]キャリブレーション試料に対して、ブロードイオンビームを照射しているときの試料室内の説明図

[図4]ブロードイオンビームを照射しているときのキャリブレーション試料表面の説明図

発明を実施するための形態

[0019] 実施例では、イオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡を用いて、目的物たる試料のイオンミリング加工と電子顕微鏡観察を繰り返し行い、目的物の三次元再構築に必要な連続イオンミリング画像を取得する。電子顕微鏡にイオンミリング装置（イオン銃）が搭載されているので、連続イオンミリング画像を取得する際に装置間の試料移動がなく、視野ずれの問題が生じない。三次元再構成に必要なＺ軸座標は、キャリブレーション用試料をイオンミリング加工して得られた削剥レートに基づき校正されるため、高精度に三次元再構築できる。削除レートは、遮蔽板を配置して基準位置を作製することにより、高精度に実測できる。

[0020] 実施例では、載置された試料を回転または傾斜させる試料ステージと、試

料に電子ビームを照射する電子銃と、試料にブロードイオンビームを照射するイオン銃と、ブロードイオンビームによる加工面に電子ビームが照射されることにより発生する情報を取得できる検出器と、を備え、試料のイオンミリング加工と電子顕微鏡観察を繰り返して連続イオンミリング画像を取得し、連続イオンミリング画像から三次元再構築画像を取得する、イオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡を開示する。

[0021] また、実施例では、イオンミリング加工の掘削レートに基づいて連続イオンミリング画像の深さ情報を修正する、イオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡を開示する。

[0022] また、実施例では、ブロードイオンビームの照射時間に基づいて連続イオンミリング画像の深さ情報を求める、イオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡を開示する。

[0023] また、実施例では、イオンミリング画像にかかる加工面形状に基づいて連続イオンミリング画像の深さ情報を修正する、イオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡を開示する。

[0024] また、実施例では、試料室内の真空度、ブロードイオンビームの強度または試料の素材の変化した場合の削除レートを有する、イオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡を開示する。

[0025] また、実施例では、ブロードイオンビームの軸が、電子ビームの軸に垂直な面に対して傾斜するように、電子銃とイオン銃が配置されている、イオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡を開示する。

[0026] また、実施例では、イオンミリング加工中に電子ビームの経路を遮蔽する遮蔽板を備える、イオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡を開示する。

[0027] また、実施例では、イオンミリング加工の掘削レートを計測する手段を有する、イオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡を開示する。

[0028] また、実施例では、キャリブレーション用試料の一部を遮蔽する遮蔽板を着脱できる、イオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡を開示する。

[0029] また、実施例では、電子ビームの軸に平行な測長手段を有する、イオンミ

リング装置を搭載した電子顕微鏡を開示する。

[0030] また、実施例では、イオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡において、試料ステージに載置された試料を回転または傾斜させながら、イオン銃からブロードイオンビームを照射し、電子銃から試料に電子ビームを照射して、ブロードイオンビームによる加工面に電子ビームが照射されることにより発生する情報を検出器により取得し、前記試料のイオンミリング加工と電子顕微鏡観察を繰り返して連続イオンミリング画像を取得し、連続イオンミリング画像から三次元再構築画像を取得する三次元再構築方法を開示する。

[0031] また、実施例では、イオンミリング加工の掘削レートに基づいて連続イオンミリング画像の深さ情報を修正する三次元再構築方法を開示する。

[0032] また、実施例では、ブロードイオンビームの照射時間に基づいて連続イオンミリング画像の深さ情報を求める三次元再構築方法を開示する。

[0033] また、実施例では、イオンミリング画像にかかる加工面形状に基づいて連続イオンミリング画像の深さ情報を修正する三次元再構築方法を開示する。

[0034] また、実施例では、予め取得した、試料室内の真空度、ブロードイオンビームの強度または試料の素材の変化した場合の削除レートに基づいて連続イオンミリング画像の深さ情報を修正する三次元再構築方法を開示する。

[0035] また、実施例では、ブロードイオンビームの軸を、電子ビームの軸に垂直な面に対して傾斜させ、試料のイオンミリング加工と電子顕微鏡観察を繰り返す三次元再構築方法を開示する。

[0036] また、実施例では、イオンミリング加工中に電子ビームの経路を遮蔽板により遮蔽する三次元再構築方法を開示する。

[0037] また、実施例では、電子顕微鏡の計測機能を用いてイオンミリング加工の掘削レートを計測する三次元再構築方法を開示する。

[0038] また、実施例では、キャリブレーション用試料の一部遮蔽してイオンミリング加工してイオンミリング加工の掘削レートを計測する三次元再構築方法を開示する。

[0039] また、実施例では、電子ビームの軸に平行な測長機能を用いてイオンミリ

ング加工の掘削レートを計測する三次元再構築方法を開示する。

[0040] 以下、上記およびその他の本発明の新規な特徴と効果について図面を参酌して説明する。なお、図面は、発明の理解のために用いるものであり、権利範囲を限定するものではない。

実施例 1

[0041] 本実施例は、イオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡を用いて三次元再構築画像を取得する手法について説明する。

[0042] 図１に、本実施例にかかるイオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡の全体構成図を示す。電子顕微鏡は、その内部に試料４を保持する試料室２に、試料４に電子ビームを照射するための電子顕微鏡鏡筒１を垂直配置して構成されている。電子顕微鏡鏡筒１の最下部には、電子ビームを試料４にフォーカスさせる対物レンズ３が配置されている。試料室２の内部には、信号検出系として、電子ビームを試料４に照射することによって生じる二次電子信号を検出するための二次電子検出器５、同じく電子ビームを試料４に照射することによって生じる反射電子信号を検出するための反射電子検出器６が搭載されている。他に、例えばＥＤＸ（エネルギー分散型Ｘ線分光法）検出器や、ＥＢＳＤ（電子後方散乱回折法）検出器などを搭載してもよい。反射電子像、ＥＤＸによる画像マッピング、およびＥＢＳＤによる方位情報などを併用することにより、物質の違いも反映させて三次元再構築できる。

[0043] 試料室２の内部には、イオンミリング加工用のブロードイオンビームを試料４に照射するためのイオン銃７が配置されている。イオン銃７は、試料室２の壁を貫通する形でその一部が試料室２の外に露出するように配置されてよい。イオン銃７から照射されるイオンの電流量は、イオン銃制御部８により制御される。

[0044] 試料４は試料室２に配置されているが、電子ビームやブロードイオンビームの照射時、試料室２は真空環境下におかれる。試料室２内部の真空度は、１０００Ｐａ～１Ｐａの低真空環境、および10^{-3}Ｐａ～10^{-5}Ｐａの高真空環境に制御できる。試料室２を真空環境とするための真空ポンプ９が、試料

室２に接続されている。試料４は、試料台１０に保持され、試料台１０は、試料台を動かすための試料ステージ１１に搭載される。

[0045] イオン銃７から照射されるブロードイオンビームは、集束イオンビーム（ＦＩＢ）と異なり、集束されていない。使用するイオン（ガス種）はアルゴン（Ａｒ）であるが、例えば、ネオン、キセノン、またはクリプトンなどでもよい。ブロードイオンビームは、例えば１ｍｍ程度の大きさの領域をスパッタリング現象により削剥できる。

[0046] 試料４の上部には、ブロードイオンビームの一部を遮蔽するための遮蔽板１２が配置されている。遮蔽板１２は、固定治具により試料台４に取り外し可能に固定されており、イオンミリングの削剥レートを測定するための、キャリブレーション用試料の測定時に使用される。普段の電子顕微鏡観察や、実試料の三次元再構築データを得る電子顕微鏡観察時には取り外す。なお、ブロードイオンビームの削剥レートが予め明らかになっている場合には、キャリブレーションも必要ないため、遮蔽板４を搭載する必要はない。遮蔽板１２の使用方法については実施例２で詳細に説明する。

[0047] 電子顕微鏡の電子ビーム、試料室内の真空度、イオン銃制御部、イオン銃のブロードイオンビーム、および試料ステージのモータは、コンピューターシステム１３によって制御される。コンピューターシステム１３は、二次電子検出器５や反射電子検出器６によって得られた信号を画像化することもできる。

[0048] まず、イオンミリング装置の使用方法について説明する。三次元再構築の基本となる連続イオンミリング画像を得るためには、試料表面が平滑であるほうが望ましい。ブロードイオンビームを用いて試料表面を平滑にイオンミリング加工するためには、ブロードイオンビームを試料と平行に照射することにより、試料表面の微細な凹凸を削剥する必要がある。しかしながら、ブロードイオンビームを試料と平行に照射すると、試料に対するブロードイオンビームの照射面積が最大になる反面、ブロードイオンビームの照射強度が小さくなり削剥速度が遅くなるデメリットがある。なぜなら、ブロードイオ

ンビームを試料と平行に照射した場合、凸部に対してはブロードイオンビームの照射によるスパッタリングが生じるものの、平滑部に対してはビーム散乱によってしかビームの照射が生じないために、極わずかしかスパッタリングが生じないからである。この場合、ビーム照射中において平滑面は安定して存在し、凸部は次第に縮小することから、平滑面を作るというイオンミリング加工の目的には合致するものの、一度作られた平滑面（加工面）が安定してしまうために、平滑面（加工面）を連続的に更新していく三次元再構築の目的には合致しない。

[0049] そこで、本実施例では、ブロードイオンビームの照射強度を維持しつつ、試料表面の微細な凹凸を削剥するために、ブロードイオンビームの照射角度を、水平面から１０°上方に設定している。ブロードイオンビームの照射角度は、イオン銃７の角度と同一であり、イオン銃７の角度も、水平面から１０°上方に設定されている。ブロードイオンビームの照射角度を水平面から１０°よりも大きくして（例えば２０°以上）、イオンミリング加工面の平滑度よりも加工速度を優先させてもよい。

[0050] １０°よりも大きな傾斜角度でイオンミリング加工したい場合、試料ステージ１０を用いて試料を傾斜させることにより、ブロードイオンビームと試料表面の角度を大きくしてもよい。試料ステージ１０の傾斜機能を用いれば、１０°よりも小さな角度でイオンミリング加工することもできる。イオンミリング加工後の試料表面を観察するときは試料傾斜を０°とすることが多いが、試料ステージ１０の傾斜機能を用いて１０°以上の傾斜角度でイオンミリング加工した場合には、同じく試料ステージ１０の傾斜機能を用いて電子顕微鏡観察に適した試料角度に設定する。

[0051] 図２は、ブロードイオンビームを照射しているときの試料室内の説明図である。ブロードイオンビーム１４はイオン銃７から照射される。試料に対し、一方向からブロードイオンビームを照射し続けると加工面に加工傷が生じることがある。加工傷は、スパッタリングに対し抵抗のある部位が試料表面に凸状に残り、そこでブロードイオンビームが遮られるために、ブロードイ

オンビームの下流方向に、筋状の未削剥部位が発生する現象である。加工傷があると、後の電子顕微鏡による画像観察の障害となる。加工傷を軽減させるためには、ブロードイオンビームを照射する向きを変化させることが有効である。本実施例では、ステージ回転モーター１５の駆動により、試料４を回転させて、試料４に対するブロードイオンビーム１４の向きを変化させる。加工傷を最小限に抑えるためには、ブロードイオンビーム照射中は、試料４を回転させ続けることが望ましい。回転方法としては、水平面に垂直な一つの回転軸を中心に円運動を行う回転だけでなく、偏心した円運動や、一定の角度の間を往復するスゥィングを使用してもよい。

[0052] 図２では示していないが、ブロードイオンビーム１４を試料４に照射しているときに、電子顕微鏡の対物レンズ３にスパッタリングにより生じた微粒子が付着することを防ぐために、試料上面と対物レンズ３との間に、微粒子飛散防止用の遮蔽板を設置してもよい。なお、電子顕微鏡で試料を観察するときには、微粒子飛散防止用の遮蔽板を電子ビーム１６の経路から外すことが必要であるので、遮蔽板に駆動機構を設けるとよい。

[0053] 一定時間、例えば１分から３０分程度、試料４にブロードイオンビーム１４を照射した後に、試料４に電子ビーム１６を照射し、二次電子像または反射電子像を得る。試料４に導電性がない場合には、試料室２を低真空環境とし、反射電子像を用いることで、チャージアップ現象を軽減できる。電子顕微鏡画像を測定した後は、再度、イオンミリングを行う。この過程を繰り返すことにより、連続イオンミリング画像を得る。

[0054] 試料ステージ１１は傾斜させることもできる。試料ステージ１１を傾斜することにより、電子顕微鏡による傾斜観察だけでなく、試料４に照射するブロードイオンビームの角度を任意に変化させることができる。試料ステージ１１の傾斜角度を０°にした場合には、ブロードイオンビームの傾斜角度は水平面から１０°上方に固定されるが、試料ステージ１１を傾斜させることによりブロードイオンビームの照射角度を０°～９０°の間で変化させることができる。試料ステージ１１を傾斜させてブロードイオンビームを照射し

た後に、電子顕微鏡の観察を傾斜０°で行いたい場合には、電子顕微鏡の観察のときだけ試料ステージ１１を傾斜０°に変化させる。試料ステージ１１の傾斜は手動またはモーター制御であり、ユーセントリック機能を用いれば、傾斜中も試料４の目的位置を電子顕微鏡の視野の中心に固定できる。

[0055] 本実施例は、イオンミリング加工と、電子顕微鏡観察を繰り返し連続的に行うことが特長であるが、連続イオンミリングの回数は三次元再構築画像のＺ軸方向（電子ビーム照射方向、言い換えると、試料の深さ方向）の解像度に関係する。十分な解像度の立体形状の三次元再構築画像（以下、立体再構築画像）を得るためには、十分な回数の連続イオンミリングを行うほうがよい。例えば、１００枚から１０００枚程度の連続イオンミリングを行うと十分な解像度の立体再構築画像を作ることができる。１０００枚の連続ミリングを行う場合、加工したい領域の最終的なＺ軸の長さが１００μｍであれば、一回に必要な削剥量は１００ｎｍである。このときの立体再構築画像のＺ軸の解像度は、単純には１０００である。Ｘ軸とＹ軸（電子ビーム照射方向の垂直方向、言い換えると、試料表面の二次元方向）の解像度は、個々の連続イオンミリング断面画像（電子顕微鏡観察画像）の解像度によって決定される。

[0056] イオンミリング加工と電子顕微鏡観察を繰り返し連続的に行うことで得られた連続イオンミリング断面画像から立体形状を再構築するためには、Ｘ軸、Ｙ軸およびＺ軸の座標を数値データとして取得する必要がある。Ｘ軸およびＹ軸の座標の数値データは、電子顕微鏡観察画像と観察倍率から求めることができる。Ｚ軸の座標の数値データは、イオンミリング加工の削剥レートとブロードイオンビームの照射時間から求めることができる。すなわち、イオンミリングの削剥レートが０．１μｍ／分であり、１分のイオンミリングを１００回繰り返せば、立体再構築画像のＺ軸は１０μｍと考えられる。ただし、イオンミリング加工による加工穴の底面は、緩やかな傾斜を持つ皿状の形態となるため、一枚のイオンミリング断面画像にかかるＺ軸の座標が、同一とはみなせない場合がある。この場合には、イオンミリング断面画像に

かかる加工面の形状、つまり、Ｘ軸およびＹ軸の座標に応じて、Ｚ軸の座標の数値データを修正する。

[0057] 連続イオンミリング断面画像の取得後、コンピューターシステム１３にインストールされている三次元再構築するためのアプリケーションソフトを用いて三次元再構築を行う。なお、アプリケーションソフトは、電子顕微鏡に接続していないコンピュータにインストールしてもよい。

[0058] 本実施例によれば、ＦＩＢ／ＳＥＭトモグラフィー法では困難な広領域についての、高解像度な三次元再構築画像を取得できる。

実施例 2

[0059] 本実施例は、イオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡にて、イオンミリング装置の削剥レートを、キャリブレーション試料を用いて実測する手法を説明する。以下、実施例１との相違点を中心に説明する。

[0060] イオンミリング加工は、試料室２内の真空度、ブロードイオンビームの強度、および試料４の素材などにより、削剥レートが大きく変化する。この場合の削剥レートとは、一定時間あたりに削剥される割合を示す。

[0061] より具体的には、試料室２内の真空度は、イオンビームの強度に影響を与え、イオンビームの強度は、削剥レートに影響する。試料４の差材の違いも、削剥レートを決める重要な要素である。例えば、樹脂や有機物などの削剥レートは大きいが、ニッケルなどの金属の削剥レートは小さい。

[0062] このように、イオンミリング加工の削剥レートは様々な要因によって変動するため、高精度な三次元再構築画像を取得するためには、削除レートの変動にも基づいて、連続イオンミリング断面画像にかかるＺ軸座標の数値データを取得する必要がある。そこで、所定の素材からなるキャリブレーション試料を所定の条件でイオンミリング加工して、イオンミリング加工の削剥レートを実測し、様々な条件についての削剥レートの情報を予め取得しておく。

[0063] イオンミリング加工の削剥レートの情報は、イオンミリング加工によって生じた加工穴の深さを、ビーム照射時間で割ることにより計算できる。すな

わち、加工穴の深さが１０μｍで、ビーム照射時間が１００分であれば、イオンミリング加工の削剥レートは０．１μｍ／分である。加工穴の深さを測定するには、イオンミリング加工によって作られた加工穴の最深部の位置と、イオンミリング加工の影響を受けない基準位置が必要である。イオンミリング加工による加工穴の底面は、緩やかな傾斜を持つ皿状の形態であるが、加工穴の幅に比べ、加工穴の深さが浅いことが特徴である。例えば、幅が５ｍｍ程度であるのに対し、深さは１００μｍ程度である。このとき、ブロードイオンビームが照射されない加工穴の周辺部を基準位置とすると、加工穴の最深部と、基準位置が２．５ｍｍ以上離れてしまうために、加工穴の深さの計測が困難になる。本実施例では、加工穴の最深部の近くに、ブロードイオンビームが照射されない基準位置を作製する。具体的には、遮蔽板１２によりブロードイオンビームを遮ることにより基準位置を作製する。

[0064] 図３は、キャリブレーション試料に対して、ブロードイオンビームを照射しているときの試料室内の説明図である。キャリブレーション試料１７は実試料と同じ素材であることが望ましいが、樹脂、シリコン、アルミニウムおよび鉄など代表的な素材を、予めキャリブレーション試料として準備しておくと便利である。キャリブレーション試料１７の上部には、ブロードイオンビーム１４の一部を遮蔽するための遮蔽板１２が配置されている。遮蔽板１２は取り外し可能である。遮蔽板１２は、固定治具１８によって、試料台１０に着脱可能に固定されている。遮蔽板１２の代わりに、キャリブレーション試料１７の表面に遮蔽板として機能するシールを貼ってもよい。このシールとしては、銅テープやカーボンテープなどが使用できる。

[0065] 遮蔽板１２は、キャリブレーション試料１７の一部を、ブロードイオンビーム１４の照射から隠す機能を有する。遮蔽板１７の材質はチタンが望ましいが、イオンミリングに抵抗性のある素材であれば、チタン以外のタングステンなどでもかまわない。キャリブレーション試料１７をブロードイオンビーム１４の照射から隠すためには、遮蔽板１２を試料表面に密着させる必要がある。遮蔽板１２と試料表面の密着が悪く、隙間が存在する場合には、こ

の隙間にブロードイオンビーム１４が侵入することにより、隙間の内側もブロードイオンビーム１４による削剥を受ける。

[0066] 遮蔽板１２は試料表面に固定されている状態が望ましく、キャリブレーション試料１７を回転運動するときには、キャリブレーション試料１７と遮蔽板１２は一体となって回転する必要がある。このため、キャリブレーション試料１７と遮蔽板１２は、一体となって、試料台１０などの回転体の上に取り付けられていることが望ましい。

[0067] 図４は、ブロードイオンビームを照射しているときのキャリブレーション試料表面の説明図であり、ブロードイオンビーム１４を照射するイオン銃７、試料表面に密着している遮蔽板１２、およびキャリブレーション試料表面の観察面１９の配置を示した断面図である。

[0068] 本実施例の配置では、ブロードイオンビーム１４の照射により、キャリブレーション試料表面の観察面１９が順次更新され、皿状の形態の加工穴が深くなる。ブロードイオンビーム１４を断続的に照射し、ビーム照射の間に電子顕微鏡観察すれば、連続イオンミリング断面を得ることができるが、キャリブレーションするときには、必ずしも連続イオンミリング断面を得る必要はなく、一回のみのイオンミリング加工でもよい。連続イオンミリング断面を得るときに遮蔽板１２の位置を動かす必要はないため、連続イオンミリング断面を得たとしても、遮蔽板１２の端部とキャリブレーション試料が接するＺ軸基準位置２０は不動である。遮蔽板１２の端部とキャリブレーション試料が接するＺ軸基準位置２０と、加工穴の底部２１の距離を測定すれば、加工穴の深さを測定することができ、この距離を三次元再構成のためのＺ軸座標の数値データとして利用できる。

[0069] 次に、加工穴の深さを計測する手法について説明する。まず、Ｚ軸方向の高さ計測手段を有する電子顕微鏡を使用する場合を説明する。高さ計測手段としては、分割された検出素子をもつ半導体型反射電子検出器を用いた三次元描画システムや、傾斜した電子ビームを２方向から試料に照射することにより立体画像を得る三次元描画システムなどを使用できる。これらのシステ

ムにより、基準位置と加工穴の最深部の差を計測する。このとき、遮蔽板１２を外して、キャリブレーション試料１７の表面におけるブロードイオンビームが照射されていない基準面を露出させることが必要である。

[0070] Ｚ軸の高さ計測手段を有しない電子顕微鏡を使用する場合、加工穴の深さを計測するために、試料ステージ１０の傾斜機能などにキャリブレーション試料１７を傾斜させて、斜めから電子顕微鏡観察して加工穴の深さを測る。イオンミリング加工した後のキャリブレーション試料１７は移動させてもよいため、他の計測装置、例えば原子間力顕微鏡などにより加工穴の深さを計測してもよい。また、シリコンウェハーなどの薄い素材をキャリブレーション試料１７として用いた場合には、割断などの手法で断面を露出し、この断面を利用して加工穴の最深部と基準位置の差を計測してもよい。

[0071] 以上の手法により、様々な条件についてイオンミリング加工の削剥レートを計算し、得られた削剥レートの情報に基づいて連続イオンミリング断面画像のＺ軸座標の数値データを求めれば、高精度な三次元再構築を行える。ブロードイオンビームを断続的に照射し、その都度削除レートを計算し、データベース化し、これに基づいてＺ軸座標の数値データを求めれば、より高精度な三次元再構築を行える。

[0072] 本実施例によれば、イオンミリング加工の削剥レートが様々な要因により変動しても高精度な三次元再構築画像を取得できる。

産業上の利用可能性

[0073] 実施例では、樹脂中に含まれる異物の立体形状を再構築することを例として説明したが、本発明は、樹脂中の異物に留まらず、樹脂、紙、セラミック、もしくはガラス中の異物、樹脂、紙、セラミック、もしくはガラスなどに含まれる添加物、金属、セラミック、セメント、磁性体、もしくは樹脂中の結晶、または金属介在物、もしくは生物などの立体形状の観察にも利用可能である。

[0074] 本発明は、ＦＩＢ／ＳＥＭトモグラフィーでは不可能な、金属や樹脂内部に含まれる１００μｍ程度の大きさの異物の立体形状を解析できれば、異物

の由来に関する有用な情報を得ることができる。異物の他にも、金属やセラミック、セメント、磁性体、または樹脂中の、１００μｍ程度の大きさの結晶や添加物の立体構造は、素材の強度解析や粘性、導電性などの特性の解析に有用である。

符号の説明

[0075] １　電子顕微鏡鏡筒

２　試料室

３　対物レンズ

４　試料

５　二次電子検出器

６　反射電子検出器

７　イオン銃

８　イオン銃制御部

９　真空ポンプ

１０　試料台

１１　試料ステージ

１２　遮蔽板

１３　コンピューターシステム

１４　ブロードイオンビーム

１５　ステージ回転モーター

１６　電子ビーム

１７　キャリブレーション試料

１８　固定治具

１９　キャリブレーション試料表面の観察面

２０　Ｚ軸基準位置

２１　加工穴の底部

請求の範囲

[請求項1] 載置された試料を回転または傾斜させる試料ステージと、

試料に電子ビームを照射する電子銃と、

試料にブロードイオンビームを照射するイオン銃と、

ブロードイオンビームによる加工面に電子ビームが照射されることにより発生する情報を取得できる検出器と、を備え、

試料のイオンミリング加工と電子顕微鏡観察を繰り返して連続イオンミリング画像を取得し、連続イオンミリング画像から三次元再構築画像を取得することを特徴とするイオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡。

[請求項2] 請求項１において、

イオンミリング加工の掘削レートに基づいて連続イオンミリング画像の深さ情報を修正することを特徴とするイオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡。

[請求項3] 請求項１において、

ブロードイオンビームの照射時間に基づいて連続イオンミリング画像の深さ情報を求めることを特徴とするイオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡。

[請求項4] 請求項１において、

イオンミリング画像にかかる加工面形状に基づいて連続イオンミリング画像の深さ情報を修正することを特徴とするイオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡。

[請求項5] 請求項１において、

試料室内の真空度、ブロードイオンビームの強度または試料の素材の変化した場合の削除レートを有することを特徴とするイオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡。

[請求項6] 請求項１において、

ブロードイオンビームの軸が、電子ビームの軸に垂直な面に対して

傾斜するように、電子銃とイオン銃が配置されていることを特徴とするイオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡。

[請求項7] 請求項１において、

イオンミリング加工中に電子ビームの経路を遮蔽する遮蔽板を備えることを特徴とするイオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡。

[請求項8] 請求項１において、

イオンミリング加工の掘削レートを計測する手段を有することを特徴とするイオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡。

[請求項9] 請求項１において、

キャリブレーション用試料の一部を遮蔽する遮蔽板を着脱できることを特徴とするイオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡。

[請求項10] 請求項１において、

電子ビームの軸に平行な測長手段を有することを特徴とするイオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡。

[請求項11] イオンミリング装置を搭載した電子顕微鏡において、

試料ステージに載置された試料を回転または傾斜させながら、イオン銃からブロードイオンビームを照射し、

電子銃から試料に電子ビームを照射して、ブロードイオンビームによる加工面に電子ビームが照射されることにより発生する情報を検出器により取得し、

前記試料のイオンミリング加工と電子顕微鏡観察を繰り返して連続イオンミリング画像を取得し、

連続イオンミリング画像から三次元再構築画像を取得することを特徴とする三次元再構築方法。

[請求項12] 請求項１０において、

イオンミリング加工の掘削レートに基づいて連続イオンミリング画像の深さ情報を修正することを特徴とする三次元再構築方法。

[請求項13] 請求項１１において、

ブロードイオンビームの照射時間に基づいて連続イオンミリング画像の深さ情報を求めることを特徴とする三次元再構築方法。

[請求項14] 請求項１１において、

イオンミリング画像にかかる加工面形状に基づいて連続イオンミリング画像の深さ情報を修正することを特徴とする三次元再構築方法。

[請求項15] 請求項１１において、

予め取得した、試料室内の真空度、ブロードイオンビームの強度または試料の素材の変化した場合の削除レートに基づいて連続イオンミリング画像の深さ情報を修正することを特徴とする三次元再構築方法。

[請求項16] 請求項１１において、

ブロードイオンビームの軸を、電子ビームの軸に垂直な面に対して傾斜させ、試料のイオンミリング加工と電子顕微鏡観察を繰り返すことを特徴とする三次元再構築方法。

[請求項17] 請求項１１において、

イオンミリング加工中に電子ビームの経路を遮蔽板により遮蔽することを特徴とする三次元再構築方法。

[請求項18] 請求項１１において、

電子顕微鏡の計測機能を用いてイオンミリング加工の掘削レートを計測することを特徴とする三次元再構築方法。

[請求項19] 請求項１１において、

キャリブレーション用試料の一部遮蔽してイオンミリング加工してイオンミリング加工の掘削レートを計測することを特徴とする三次元再構築方法。

[請求項20] 請求項１１において、

電子ビームの軸に平行な測長機能を用いてイオンミリング加工の掘削レートを計測することを特徴とする三次元再構築方法。

[図1]

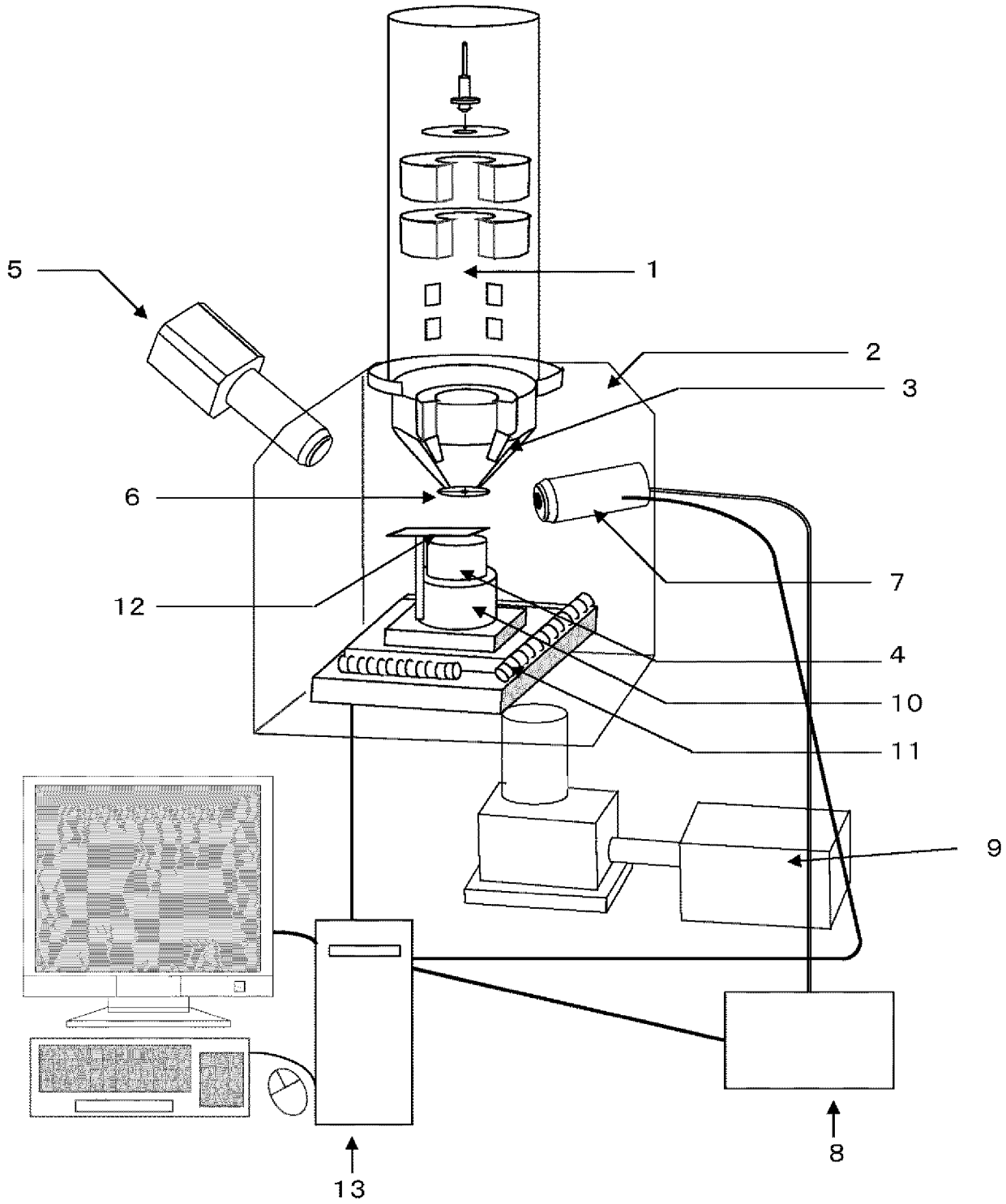

図1

[図2]

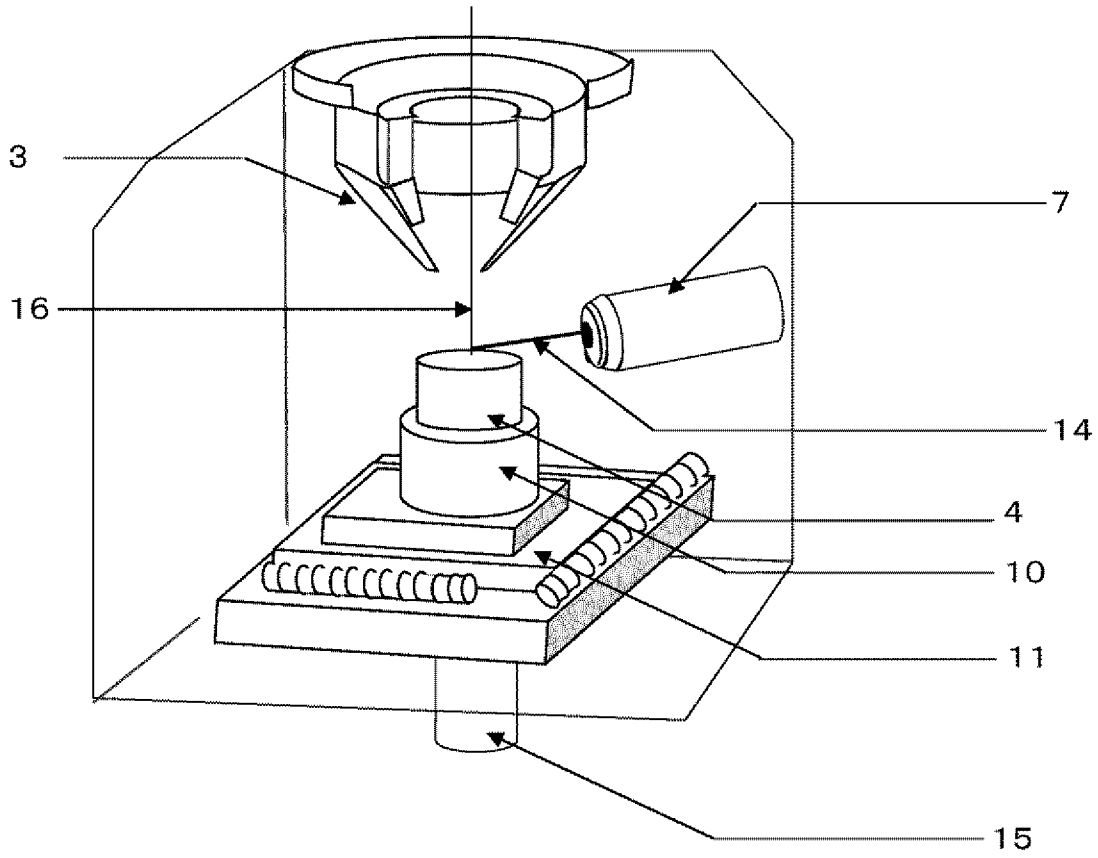

図2

[図3]

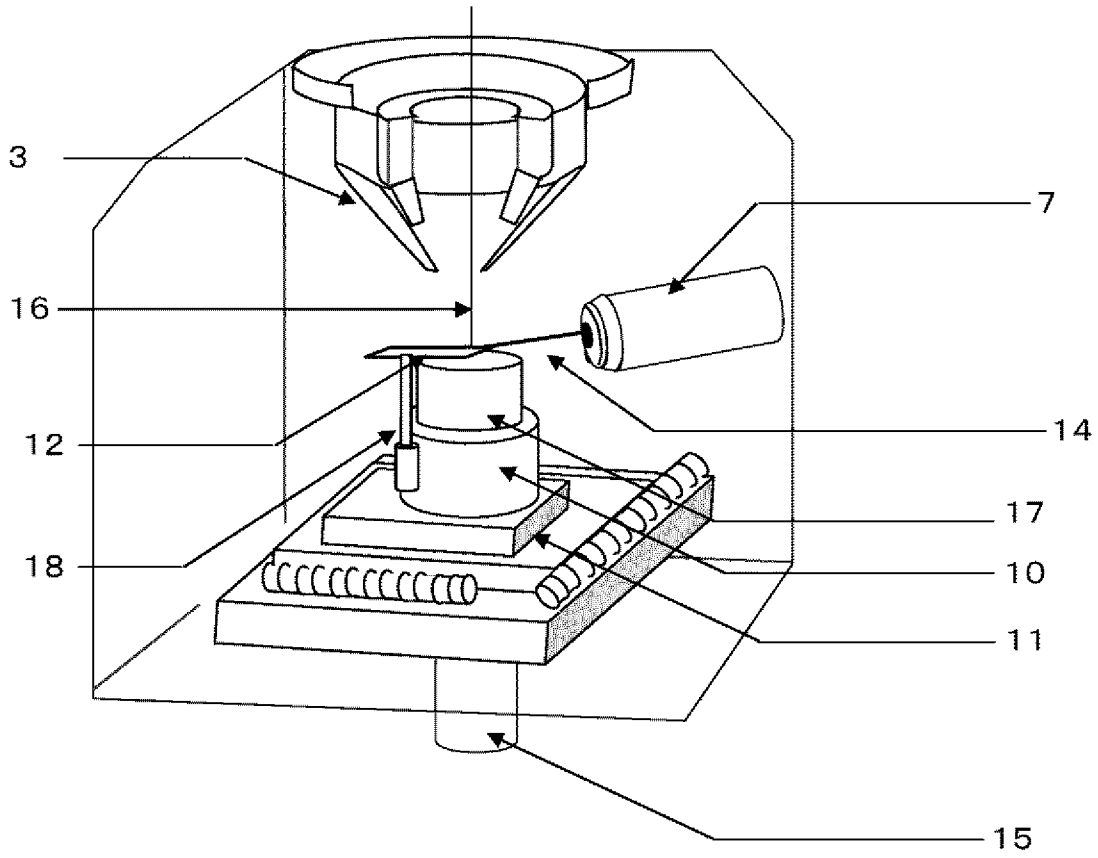

図3

[図4]

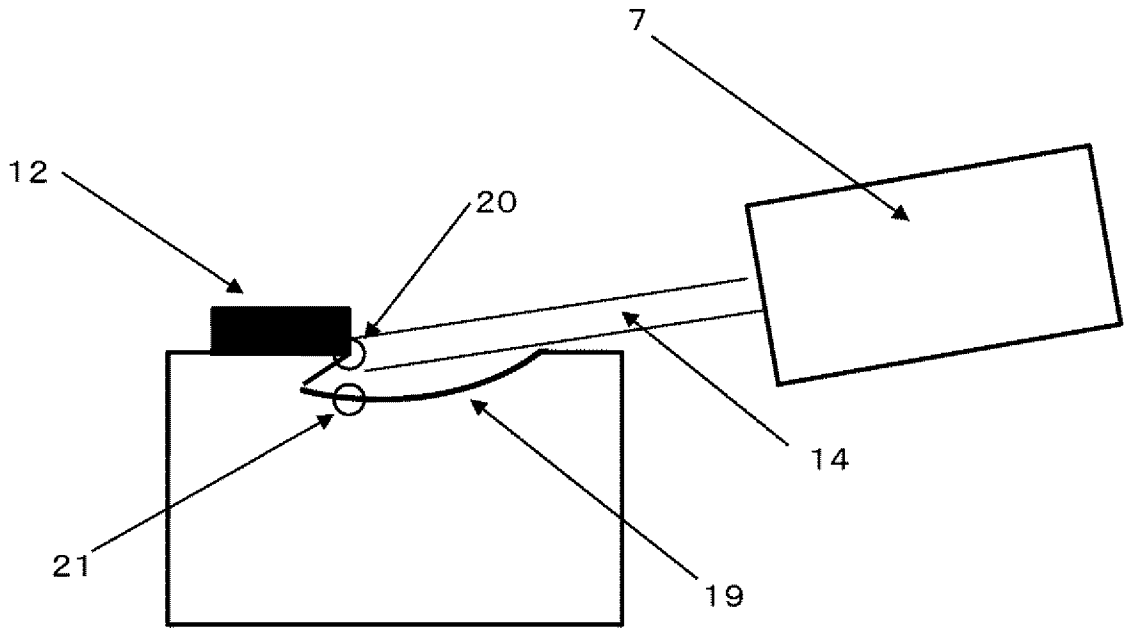

図4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2015/052613

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
H01J37/30(2006.01)i, *H01J37/22*(2006.01)i, *H01J37/28*(2006.01)i, *H01J37/305*(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)
H01J37/30, H01J37/22, H01J37/28, H01J37/305

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.
Y A	WO 2013/001700 A1 (Hitachi High-Technologies Corp.), 03 January 2013 (03.01.2013), paragraphs [0032], [0051]; fig. 7 & US 2014/0124367 A	1-3,5-13, 15-20 4,14
Y	JP 2004-45172 A (Fujitsu Ltd.), 12 February 2004 (12.02.2004), paragraphs [0009] to [0020]; fig. 1 to 2 (Family: none)	1-3,5-13, 15-20
Y	JP 2000-36278 A (Schlumberger Technologies, Inc.), 02 February 2000 (02.02.2000), paragraph [0005] (Family: none)	2-3,5,12-13, 15

☒ 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	Date of mailing of the international search report
26 March 2015 (26.03.15)	07 April 2015 (07.04.15)

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
Japan Patent Office 3-4-3,Kasumigaseki,Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915,Japan	Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2015/052613

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 2011-222426 A (SII NanoTechnology Inc.), 04 November 2011 (04.11.2011), paragraph [0017] (Family: none)	6,16
Y	JP 5-314941 A (JEOL Ltd.), 26 November 1993 (26.11.1993), paragraphs [0008] to [0009]; fig. 4 to 5 (Family: none)	7,17
Y	JP 2004-179165 A (FEI Co.), 24 June 2004 (24.06.2004), paragraphs [0042], [0048] & US 2004/0099638 A1 & EP 1424723 A2	8-10,18-20
Y	JP 2013-137995 A (JEOL Ltd.), 11 July 2013 (11.07.2013), paragraph [0032] & US 2013/0134325 A1	9,19
Y	JP 2010-40803 A (Hitachi High-Technologies Corp.), 18 February 2010 (18.02.2010), paragraph [0017] (Family: none)	10,20

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１５／０５２６１３

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　H01J37/30(2006.01)i, H01J37/22(2006.01)i, H01J37/28(2006.01)i, H01J37/305(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（ＩＰＣ））

Int.Cl.　H01J37/30, H01J37/22, H01J37/28, H01J37/305

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	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０１５年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１５年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１５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
Y	WO 2013/001700 A1（株式会社日立ハイテクノロジーズ）2013.01.03, 段落００３２，００５１，図７ & US 2014/0124367 A	1-3,5-13, 15-20
A		4,14
Y	JP 2004-45172 A（富士通株式会社）2004.02.12, 段落０００９－００２０，図１－２（ファミリーなし）	1-3,5-13, 15-20
Y	JP 2000-36278 A（シュルンベルジェ　テクノロジーズ，　インコーポレイテッド）2000.02.02, 段落０００５（ファミリーなし）	2-3,5, 12-13,15

☑　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	国際調査報告の発送日
２６．０３．２０１５	０７．０４．２０１５

国際調査機関の名称及びあて先
日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ）
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）　２Ｇ　９６０６
桐畑　幸▲廣▼
電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３２２６

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 2011-222426 A（エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社）2011.11.04，段落００１７（ファミリーなし）	6,16
Y	JP 5-314941 A（日本電子株式会社）1993.11.26，段落０００８－０００９，図４－５（ファミリーなし）	7,17
Y	JP 2004-179165 A（エフ・イー・アイ・カンパニー）2004.06.24，段落００４２，００４８ & US 2004/0099638 A1 & EP 1424723 A2	8-10,18-20
Y	JP 2013-137995 A（日本電子株式会社）2013.07.11，段落００３２ & US 2013/0134325 A1	9,19
Y	JP 2010-40803 A（株式会社日立ハイテクノロジーズ）2010.02.18，段落００１７（ファミリーなし）	10,20