

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 7 部門第 1 区分

【発行日】平成26年6月19日(2014.6.19)

【公表番号】特表2013-541799(P2013-541799A)

【公表日】平成25年11月14日(2013.11.14)

【年通号数】公開・登録公報2013-062

【出願番号】特願2013-522009(P2013-522009)

【国際特許分類】

H 0 1 J 37/244 (2006.01)

【F I】

H 0 1 J 37/244

【誤訳訂正書】

【提出日】平成26年4月16日(2014.4.16)

【誤訳訂正 1】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】全文

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【発明の詳細な説明】

【発明の名称】密接に結合したシンチレータ－光電子増倍管の組合せを含む電子検出器、それを用いた電子顕微鏡及び X 線検出器

【技術分野】

【0 0 0 1】

< 関連出願の相互引用 >

本願は、35 U.S.C § 119(e)に基づいて、2010年7月30日に出願された米国仮出願番号第 61 / 369, 353 号、発明の名称「Electron Microscope Employing An SiPM Based Electron Detector」の優先権を主張し、この開示は、引用を以て本願明細書の一部となる。

【背景技術】

【0 0 0 2】

< 発明の分野 >

本発明は、電子検出と電子検出装置とに、特に、密接に結合したシンチレータ－シリコン光電子増倍管を含む電子検出器に関しており、当該電子検出器は、電子顕微鏡で、及び／又は、X 線検出器、例えば電子顕微鏡で用いられる X 線検出器で用いられる。

【0 0 0 3】

< 関連技術の説明 >

電子顕微鏡 (EM) は、試料を照らして、試料の拡大画像を作成するために電子粒子線を用いるタイプの顕微鏡である。ある一般的なタイプの EM は、走査型電子顕微鏡 (SEM) として知られている。SEM は、ラスタパターンとして知られている試料領域に渡ったパターンで、電子の微細集束ビームを用いて試料を走査することによって、試料の画像を生成している。電子は、試料を形成する原子と相互作用して、試料の表面形状 (topography)、組成、及び、結晶方向や導電率などの他の特性に関する情報を含む信号を生じる。

【0 0 0 4】

一般的な SEM では、電子のビームは、電子銃から発生して、一般的には 1 keV から 30 keV の間の加速電圧に保持されたアノード 8 へと加速される。しかしながら、より高い電圧値及び低い電圧値が多く装置で用いられている。銃は、電子カラム、又は単に「カラム」と呼ばれている一連の集束レンズ及び偏向コイルの最初に配置される。一連の集束レンズ及び偏向コイルは、それらの軸が通常、鉛直なので、電子カラム、又は単に「

カラム」と呼ばれている。その後、サンプルチャンバ又は単なる「チャンバ」が続き、それは、サンプルを収めており、様々な検出器、プローブ及びマニピュレータを収容している。電子は、すぐに空気に吸収されるので、カラムとチャンバの両方は真空にされる。しかしながら、場合によっては、サンプルチャンバは、乾燥窒素又は他のガスの分圧で充填されてもよい。電子は、タングステン又はLaB6のようなフィラメントを加熱することで(熱電子放出)、強い電場で(冷陰極電界放出)、又は、それら2つの組合せによって(ショットキー放出)、最初に発生する。次に、電子は、「加速電圧」と呼ばれる高電圧に維持されたアノードに向けて加速される。その後、電子は、一連の(通常、電磁気の)集束レンズ及びスキャンコイルを含む電子カラムを通った経路を進んで、上記したように、(略1~10ナノメートルオーダーの)電子の微細集束ビームが作られて、ラスタ方式での走査がなされる。

#### 【0005】

X線を用いた元素分析専用である特定の種類のSEMは、電子プローブマイクロアナライザ(EPM A)と呼ばれている。当然のことながら、EPM Aは、複数の波長分散型X線分光器を含んでいる。それらは、X線回折の原理を用いて、サンプルから放射されたX線を、それらの波長に基づいてソートする。波長分光器は、サンプルチャンバ内で相当な空間を必要とし、更に、ビーム-サンプル分光計の正確なジオメトリを必要とするので、多くのEPM Aでは、サンプルは、SEMの場合よりも、最終レンズから非常に遠い距離(40 mm)に配置されなければならない。画像解像度を犠牲にすることで、波長分光器によってもたらされるスペクトル分解の向上に適応している。

#### 【0006】

電子顕微鏡の最初の実施は、透過型電子顕微鏡(TEM)であった。この場合、電子ビームは、SEMで説明された方法と同様な手法で発生させられて、そのビームは、同様なレンズ装置によって焦束させられる。しかしながら、TEMにおいては、サンプルは、対物レンズ領域内にあり、送られるビームは、(同様に、一般に電磁気の)1又は複数の投射レンズを通過する。最も普通のTEM画像は、サンプルを透過する1次電子から形作られ、1次電子は、吸収及び回折によって影響される。TEMは、CFE SEMよりも数倍優れており、熱電子放出に基づくSEMよりも1桁以上優れた、0.2 nmオーダーの解像度をもたらすことができる。それらの欠点は、コストと、非常に小さくて、非常に薄いサンプルが必要なことにある。

#### 【0007】

SEMとTEMの幾つかの特徴を組み合わせた装置があり、走査透過電子顕微鏡(STEM)と呼ばれている。

#### 【0008】

半導体及びナノテクノロジーの両分野にて、開発及び不良解析の両方において多用される別の装置は、電子ビームとイオンビームの両方を単一のサンプルチャンバに統合しており、電子ビームが、普通のSEM型イメージングに用いられる一方で、集束イオンビーム(FIB)は、サンプルの粗い位置決めを必要とすることなく、サンプルのマイクロ領域の高解像度ミリング(high resolution milling)に使用される。このような装置は、デュアルビーム又はFIB/SEMと呼ばれている。大抵の場合、ミリングは、インサイチュで断面を作成し、磨くために用いられ、作成された切断面のSEM画像を得ることを可能にする。この装置では、ガス注入システムも加えられてよく、半導体又はナノ材料の設計者は、例えば、化学気相反応法と概念的に同様なプロセスを用いて、その場で構造を設計又は修正できることが可能となる。

#### 【0009】

これらの装置及び類似した全ての装置にて、電子ビームが試料に当たると、ビームの電子の幾つか(1次電子)は、1次電子と試料の原子核の間の衝突で生じる弾性散乱によって、試料の外へと後方に反射/放出される。これらの電子は、後方散乱電子(BSE)として知られており、試料について、原子番号と表面の情報の両方を提供する。その他の幾つかの1次電子は非弾性散乱を受けて、表面に非常に近い試料の領域から放出される2次電子

(SE)を引き起こす。これにより、最高解像度で詳細な表面情報を伴う画像がもたらされる。サンプルが十分に薄く、入射ビームのエネルギーが十分に高い場合、幾つかの電子(透過電子又はTE)は、サンプルを透過する。後方散乱電子と2次電子は、夫々、後方散乱電子検出器(BSED)と2次電子検出器(SED)と呼ばれる1又は複数の検出器により収集され、それらは、電子を、試料画像を生成するために用いる電気信号に変換する。透過電子検出器(TED)は、同様のタイプであってよく、単に、長残光性蛍光体(long-persistence phosphor)でコーティングされたスクリーンであってもよい。

#### 【0010】

BSE及びSEを画像化するのに用いられる大半の電子検出器は、エバーハートとソーンリー(Everhart, TE and RFM Thornley (1960), "Wide-band detector for micro-microampere low-energy electron currents", Journal of Scientific Instruments 37 (7) : 246-248)が提案したように、シンチレータ、光ガイド(「光パイプ」とも呼ばれる)、及び光電子増倍管(PMT)を組み合わせて使用する。シンチレータは、シンチレーションを呈する材料から製造される装置である。シンチレーションは、放射に反応した、通常、スペクトルの可視光、UV領域付近、又はIR領域付近における光子の放射である。走査電子画像で用いられるシンチレータに対する重要な要件は、100ナノ秒又はそれ未満のオーダーの速い減衰時間を有し、非常に速いビーム走査速度が用いられる場合でさえも(現代のSEMにおいて、100ナノ秒又はそれ未満のオーダーのピクセルドウェルタイム(pixel dwell time)が使用される)、それらが、画像が高い忠実性をもって(「不鮮明にならずに」(smearing))記録できることである。このことは、特に自動画像解析において重要であって、特長サイズ、形状及び位置が正確に算出される必要がある。適切なシンチレータ材料は、YAG:Ce、YAP:Ce、ZnO:Ga等の無機物に加えて、幾つかのプラスチック蛍光材料(scintillators)を含んでいる。それにより、電子検出器のシンチレータは、電子衝突に応じて光(光子)を生成する。そして、光ガイドは、生成された光の幾らかのフラクション(fraction)を集めて、チャンバ又はカラムの外へとPMTへ送る。光を検出するPMTは、真空管装置であって、一般に1000-1500ボルトで動作する。従って、このような電子検出器において、シンチレータは、BSE又はSEの衝突によって生じる光子を放出し、PMTは、光ガイドによって効率よく収集されて、送られた光のフラクションの存在を検出する。幾つかの文献において、これらの文献内の詳細な記載又は図面にて光ガイドを用いることが明確には示されているが、光ガイドは、具体的には取りあげられてはおらず、PMT又はシンチレータの一体部分であると仮定されている。しかしながら、光ガイドと、シンチレータへの光ガイドの取付けとは、装置の性能を決定する重要な役割を果たし、必要とされるその存在は無視できない。

#### 【0011】

現在の電子顕微鏡において、2次電子検出の主流の手法は、今まさに説明したエバーハート・ソーンリー(ET)検出器である。後方散乱電子検出器もまた、大抵の場合、「ET型」検出器と同様であって、シンチレータ-光ガイド-PMT配列が用いられる。しかしながら、光ガイドがシンチレータに取り付けられる手法は、更に後述するように、2つの用途において大きく異なっている。BSED、SED及びTEDのPMTは、EMの真空チャンバの外側にある。何故なら、PMTは、全方向で数センチメートルオーダーのサイズを有する、かなり大きく、堅い装置のためである。その結果、各電子検出器は、真空チャンバ内に配置されたシンチレータと、光パイプ又は似たような光転送デバイスとを備えており、光パイプ又は光転送デバイスは、生成した光子のフラクションを、チャンバへのアクセスポートを通して真空チャンバの外側に存在するPMTに運び出す。

#### 【0012】

典型的なSEMサンプルチャンバは、限られた数のアクセスポートを有しており、それらは、アクセサリ装置又はツールを収容するために利用される。アクセサリ装置又はツールには、例えば、1又は複数のエネルギー分散型X線検出器、波長分散型X線分光計、電子後方散乱回折装置、カソードルミネッセンス分光器、及びマイクロマニピュレータがあり、レーザー又はイオンビーム源が利用される場合には、2次イオン質量分析計又はラマ

ン分光計がある。しかしながら、これらのアクセサリは、電子検出器のPMTとポートの利用を取り合う。電子検出器は、総数としては幾つでも良く、SED、BSED、低真空SED及びTEDを含んでよい。SEM内の全てのPMTが取外しできる場合には、等しい数のポートが、さもなくば利用されないであろう更なる重要な分析ツールの取り付けのために利用可能となる。

#### 【0013】

SEDとBSEDは、検出される電子エネルギーの違いの結果として異なっている。SEは、エネルギーが非常に低く、50 eV又はそれ未満として特徴付けられており、数百ボルトのバイアス電圧によって、検出器に引き寄せられて、次に、数千ボルトにバイアスされたシンチレータへと更に加速される。比較的低いバイアス電圧を介してSEの軌道に影響を与える機能は、サンプル側に検出器を配置することを可能にする。BSEは、SEよりも高いエネルギーを有し、大半のBSEは、1次ビームの加速電圧又はその付近のエネルギーを有し、それらの軌道は、1次ビームに衝撃を与えないような十分に低い電圧では影響を受けない。従って、BSEイメージングは、ラインオブサイト(line-of-sight)である。さらにまた、電子の入射が試料表面に対して垂直である典型的な場合、サンプル上の空間に分布したBSEは余弦法則に従い、大部分の電子は、電子カラムの軸に沿って、又はその近くで後方散乱する。これらの要因によって、1次ビームが、BSEDの中央の小さな開口(例えば、直径5 mm)を通過できるように、BSEDが、環状に、対物レンズの極片(pole piece)の直下に配置されることが必要とされる。SEMにおいて、最高画質解像度を成し遂げるためには、サンプルは、対物又は「最終的な」レンズの極片にできるだけ近接して配置されなければならない。短い作動距離は、短いレンズ焦点距離を必要とし、さらには、高レンズ電流を要し、収差を最小にして、解像度を改善する。従って、サンプルと最終レンズの極片の間、即ち、シンチレータと光パイプへの取付部との間の空間を占有するBSEDの部分は、できるだけ薄くしなければならない。シンチレータ-光ガイドの組合せにおけるこの要求の重要な意味は、シンチレータから放射された光子が、シンチレータディスクの端を通してのみ集められることである。何故なら、光ガイドへと光子の向きを変えるのに必要とされるであろう光学部品を収容するために、シンチレータ上の空間は犠牲にできないためである。それ故に、これらのアセンブリの光ガイドは、その厚さによって、ディスクをつかむC字型のカップリングを介して、シンチレータの周囲とだけ結合するが、その背面(電子がシンチレータ衝突する表面と反対側の表面)とは結合しない。これにより、その他の最適化されたBSEDジオメトリについては、光収集効率の大幅な減少という結果となる。更に、光ガイドの反対側のシンチレータのディスク側で生成された光は、PMTに効果的に送られず、表面形状のバイアスが画像に常に生じることになる(カラム中心線の一方からの眺めが、画像を左右する)。それに比べて、SEDとして使用されるET検出器では、このような幾何学的及び空間的制限がないので、シンチレータディスクの裏面は、光ガイドの結合面に直接結合される。

#### 【0014】

第2のタイプのBSEDはフォトダイオードを用いており、それらは、最終レンズの極片の真下で、カラムの中心線回りに対称に配置される。このような検出器の利点は、個々のフォトダイオードがカラム中心線周りに「セクター(sectors)」に配置されることであり、1又は複数のセクターから集められた信号は、画像を作成するのに用いられる。中心線の一方の側だけのセクターが画像を作成するために用いられる場合には、表面形状のコントラストが際立ってしまうだろう。セクターの全てが用いられる場合には、表面形状は除去されて、画像は、組成のコントラストによって際立たせられるだろう。この重要な可能性があるにもかかわらず、シンチレータベースの装置は、しばしば、分割型フォトダイオード検出器に優先して選択される。何故なら、それらは、非常に高いゲインを有し、非常に速い走査速度で撮像できるからである。この場合、フォトダイオード検出器でもたらされる表面形状又は組成モードの選択の利点は失われる。

#### 【0015】

第3の(最も一般的でない)タイプの電子検出器は、マイクロチャンネルプレート(MCP)であって、ET検出器とは異なりSEM内に完全に格納できるので、取付ポートの必要性がない。しかしながら、MCPは、一般的なSEMの試料室よりも1又は2桁優れた、 $10^{-6}$  torrよりも高い真空レベルを必要とする。さらに、MCPは遅く、現代のSEMにおいて用いられる非常に短いドウェルタイム(高い走査速度)に対応できないという不利益をフォトダイオード検出器と共有する。

#### 【0016】

それ故に、電子検出器技術については、小さくて、低電圧で作動し、カラム又はサンプルチャンバ内で用いられることができ、セグメント化と高いゲインを同時に可能にし、複数の固有の場所にて使用され、外部からの手動又はソフトウェア制御によりインサイチュ(in-situ)に配置され、増加される他の分析ツール(電子検出でない)用に利用できるSEMのアクセスポート数が増加されるという、大きな未解決の要請がある。それらはまた、光ガイドの必要性を取り除き、特に、コストと複雑さを減らして、効率を高めるという大きな利益を生じる。

#### 【発明の概要】

#### 【0017】

ある実施例において、荷電粒子線装置は、例えば電子顕微鏡であって、電子源と電子検出器を備えており、電子源は、電気カラムに結合されており、電子ビームを発生するように構成されている。電子カラムは、電子カラムが結合されたサンプルチャンバ内に配置された試料に電子ビームを導くように構成されたシステムを少なくとも部分的に格納している。電子検出器は、電子カラム又はサンプルチャンバ内に配置された1又は複数のアセンブリを含んでいる。各アセンブリは、SiPMとシンチレータを含んでおり、シンチレータは、シンチレータとSiPMの間に配置される光伝送装置を用いることなく、SiPMのアクティブな光検出面と面同士で直接結合されている。1又は複数のアセンブリの各々において、シンチレータは、試料への電子ビームの衝突に反応して試料から放出された電子が衝突すると、光子を放出するように構成されており、SiPMは、シンチレータからの光子を受け取ると信号を生成するように構成されている。

#### 【0018】

他の実施例では、電子カラムに結合されたサンプルチャンバ内に配置された試料の画像を作成する方法がもたらされる。この方法は、電子ビームを発生する工程と、電子カラムを介して試料に向けて電子ビームを導く工程であって、試料への電子ビームの衝突に反応して、複数の電子が前記試料から放出される工程と、複数の電子の強度に比例した信号を、電子検出器を用いて生成する工程を含んでいる。電子検出器は、電子カラム又はサンプルチャンバ内に配置されたアセンブリを含んでいる。アセンブリは、SiPMとシンチレータを含んでおり、シンチレータは、シンチレータとSiPMの間に配置される光伝送装置を用いることなく、SiPMのアクティブな光検出面と面同士で直接結合されている。電子が、シンチレータに衝突すると、それに反応してシンチレータは複数の光子を放出する。SiPMは、シンチレータからの複数の光子を受け取ると信号を生成する。最後に、この方法は、信号に基づいて試料の画像を形成する工程を含む。

#### 【0019】

さらに他の実施例では、荷電粒子装置がもたされ、当該荷電粒子装置は、電子ビームを発生するように構成された電子源と後方散乱電子検出装置とを含んでいる。電子源は、電子カラムと結合されており、電子カラムは、電子カラムと連結されるサンプルチャンバ内の試料ホルダに保持された試料に向けて電子ビームを導くように構成されたシステムを少なくとも部分的に格納し、システムは、最終レンズを含んでいる。後方散乱電子検出装置は、最終レンズの底部と試料ホルダとの間に配置されるアセンブリを含んでいる。アセンブリは、シンチレータとSiPMを含んでおり、シンチレータは、前面と、前面と反対側の後面とを有している。前面は、試料ホルダに向いており、試料への電子ビームの衝突に反応して試料から放出された複数の電子を受け取るように配置される。シンチレータの後面は、シンチレータとSiPMの間に配置される光伝送装置を用いることなく、SiPM

のアクティブな光検出面と面同士で直接結合する。シンチレータは、複数の電子が前面に衝突すると後面から複数の電子を放出するように構成されている。S i P Mは、シンチレータからの複数の光子を受け取ると、信号を生成するように構成されている。

#### 【0020】

さらに他の実施例では、荷電粒子装置の電子カラムに結合されたサンプルチャンバ内に配置された試料ホルダに配置された試料の画像を作成する方法が提供される。この方法は、電子ビームを発生する工程と、最終レンズを有するシステムを用いて、電子カラムを介して試料に向けて電子ビームを導く工程であって、試料への前記電子ビームの衝突に反応して、複数の電子が試料から後方散乱される工程と、複数の電子の強度に比例した信号を、電子検出器を用いて生成する工程を含んでいる。電子検出器は、最終レンズの底部と試料ホルダの間に配置されたアセンブリを含んでいる。アセンブリは、シンチレータとS i P Mを含んでおり、シンチレータは、前面と、前面と反対側の後面とを有する。前面は試料ホルダに向いて、複数の電子を受け取るように配置されている。シンチレータの後面は、シンチレータとS i P Mの間に配置される光伝送装置を用いることなく、S i P Mのアクティブな光検出面と面同士で直接結合する。複数の電子は、シンチレータの前面と衝突して、それに反応して、シンチレータは後面から複数の光子を放出する。S i P Mは、シンチレータから複数の光子を受け取ると信号を生成する。最後に、方法は、信号に基づいて試料の画像を形成する工程を含む。

#### 【0021】

さらに、他の実施例では、X線検出器がもたらされ、当該X線検出器は、ハウジングと、ハウジング内に設けられたX線検知装置と、複数の電子を検出するように構成された電子検出器とを備えている。電子検出器は、ハウジングと結合されると共に、1又は複数のS i P Mを含んでおり、1又は複数のS i P Mの各々は、複数の電子の幾つかに反応して、信号を生成するように構成される。

#### 【0022】

さらに、他の実施例では、ハウジングとハウジング内に備えられるX線検知装置とを含むX線検出器を用いて、電子とX線を検出する方法が提供される。この方法は、X線検知装置を用いて、ハウジングに入った1又は複数のX線を検出する工程と、1又は複数のS i P Mを備えており、前記ハウジングに結合された電子検出器を用いて複数の電子を検出する工程とを含む。

#### 【0023】

さらに、他の実施例は、荷電粒子線装置の電子カラムに結合されたサンプルチャンバ内に配置された試料の画像を作成する方法をもたらす。当該方法は、電子ビームを発生する工程と、電子カラムを介して試料に向けて電子ビームを導く工程であって、前記試料への前記電子ビームの衝突に反応して、複数の電子が試料から放出される工程と、シンチレータを用いずに、電子検出装置を用いて複数の電子を直接検出する工程とを含んでいる。電子検出装置は、並列に基板に接続されており、独立した複数の検出要素のアレイを含んでいる。各検出要素は、アバランシェフォトダイオードを備えている。電子検出装置は、電子検出装置に入射するほぼ全ての電子を吸収するように構成されるのではなく、電子検出装置に入射するほぼ全ての電子が複数の検出要素と衝突するように構成されている。本方法は更に、直接検出した複数の電子に反応して、複数の電子の強度に比例した信号を生成して、電子検出装置から出力する工程と、信号に基づいて、試料の画像を形成する工程とを含んでいる。

#### 【0024】

さらに、他の実施例では、荷電粒子線装置がもたらされ、当該荷電粒子線装置は、電子源と電子検出装置とを含んでいる。電子源は、電子カラムに結合され、電子ビームを発生するように構成されている。電子カラムは、電子カラムが連結されるサンプルチャンバ内に配置された試料に向けて、電子ビームを導くように構成されたシステムを少なくとも部分的に格納している。電子検出装置は、電子カラム又はサンプルチャンバ内に配置される。電子検出装置は、シンチレータを用いずに、試料への電子ビームの衝突に反応して、試

料から放出される複数の電子を検出するように構成されている。電子検出装置は、基板上に並列に接続された独立した複数の検出要素のアレイを含み、各検出要素は、アバランシェフォトダイオードを備えており、電子検出装置は、電子検出器上に入射するほぼ全ての電子を吸収するのではなく、電子検出器に入射するほぼ全ての電子が複数の検出要素上に衝突するように構成されている。

#### 【0025】

さらに、他の実施例では、走査型電子顕微鏡システムがもたらされ、当該走査型電子顕微鏡システムは、電子カラムと電子ハウジングに結合されるサンプルチャンバを含むハウジングと、電子カラムに結合され、電子ビームを発生するように構成された電子源であって、電子カラムはカラム軸を有しており、電子ビームはカラム軸に沿って導かれる電子源と、ハウジング内に備えられており、試料に向けて電子ビームを導くように構成されているシステムとを含んでいる。走査型電子顕微鏡システムはまた、試料への電子ビームの衝突に反応して試料から放出された第1の複数の電子を検出するように構成された第1の電子検出器であって、カラム軸の第1側にてハウジング内に配置された1又は複数の第1のSiPMを含んでおり、1又は複数の第1のSiPMの各々は、試料から放出された複数の電子の第1の幾つかに反応して、第1の信号を個々に生成するように構成される第1の電子検出器と、試料への電子ビームの衝突に反応して試料から放出された第2の複数の電子を検出するように構成された第2の電子検出器であって、カラム軸の第2側にてハウジング内に配置された1又は複数の第2のSiPMを含んでおり、1又は複数の第2のSiPMの各々は、試料から放出された複数の電子の第2の幾つかに反応して、第2の信号を個々に生成するように構成される第2の電子検出器とを含んでいる。最後に、システムは、画像装置と、(i)各第1の信号に基づいて第1画像信号を生成し、(ii)各第2の信号に基づいて第2画像信号を生成し、第1画像信号は、第2画像信号から角度的にずれており、(iii)表示装置に第1画像信号及び第2画像信号を交互に表示させることで、表示装置に画像が表示されるように構成された電子回路とを備える。

#### 【0026】

本発明のこれら及びその他の目的、特徴及び特性に加えて、関連した構成要素の動作方法及び作用と、製造における部品の組合せと経済性は、添付図面と共に以下の説明及び添付の請求の範囲を参照することによって明らかになるであろう。同じ参照番号は、種々の図面にて対応する部分を示す。しかしながら、図面は、例示と説明を目的としてだけ用いられ、本発明の限定の定義として意図されていないことは、明らかである。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0027】

【図1】図1は、本発明の1つの例示的な実施形態におけるSEMの概要図である。

#### 【0028】

【図2】図2は、図1のSEMの部分の概要図であり、図1のSEMの電子検出器の一部を形成しているシンチレータ-SiPM連結対アセンブリの例示的な実施形態を示す。

#### 【0029】

【図3】図3は、図2のシンチレータ-SiPM連結対アセンブリの一部を形成する典型的なマイクロセルの概要図である。

【図4】図4は、図2のシンチレータ-SiPM連結対アセンブリのSiPMの一部を形成する典型的なマイクロセルの概要図である。

#### 【0030】

【図5】図5は、一実施例に基づいた図2のシンチレータ-SiPM連結対アセンブリの回路図であって、複数のマイクロセルを示している。

#### 【0031】

【図6】図6A及び図6Bは、図1及び図2に示す電子検出器の実施例を用いて、1ピクセルにつき100及び500ナノ秒で夫々収集されたコンピュータ描画画像である。

#### 【0032】

【図7】図7は、一実施例に従った、図2のシンチレータ-SiPM連結対アセンブリの

S i P Mの動作を例示している概要図である。

【0033】

【図8】図8は、環状の後方散乱電子検出器として、図1のSEMにおいて用いられ得る電子検出器の1つの特定の実施形態の平面図であって、極片の真下に取り付けられており、環の中心は、電子カラムの中心線上に配置されている。

【図9】図9は、環状の後方散乱電子検出器として、図1のSEMにおいて用いられ得る電子検出器の1つの特定の実施形態の底面の等角図であって、極片の真下に取り付けられており、環の中心は、電子カラムの中心線上に配置されている。

【図10】図10は、環状の後方散乱電子検出器として、図1のSEMにおいて用いられ得る電子検出器の1つの特定の実施形態の底面の拡大図であって、極片の真下に取り付けられており、環の中心は、電子カラムの中心線上に配置されている。

【0034】

【図11】図11は、図1のSEMにおいて用いられる電子検出器を形成するために使用され得る代替可能なPCBAセンブリの概要図である。

【図12】図12は、図1のSEMにおいて用いられる電子検出器を形成するために使用され得る代替可能なPCBAセンブリの概要図である。

【図13】図13は、図1のSEMにおいて用いられる電子検出器を形成するために使用され得る代替可能なPCBAセンブリの概要図である。

【0035】

【図14】図14は、後方散乱電子検出器として図1のSEMにおいて使用され得る別の特定の実施形態の電子検出器の平面図である。

【0036】

【図15】図15は、別の例示的な実施形態に基づいた小型電子検出器の概要図である。

【0037】

【図16】図16は、図15の小型電子検出器(2個のシンチレータ-S i P M連結対アセンブリだけを用いる)が、SEMにある機械式位置決めデバイスの端部に取り付けられている模様の概要図である。

【図17】図17は、図15の小型電子検出器(2個のシンチレータ-S i P M連結対アセンブリだけを用いる)が、SEMにある機械式位置決めデバイスの端部に取り付けられている模様の概要図である。

【0038】

【図18】図18は、S i P Mを冷却することによって、最適な性能に構成される後方散乱電子検出器として図1のSEMで使用できる別の代替的な実施例による電子検出器の正面図である。

【図19】図19は、S i P Mを冷却することによって、最適な性能に構成される後方散乱電子検出器として図1のSEMで使用できる別の代替的な実施例による電子検出器の等角図である。

【0039】

【図20】図20は、図18と図19の電子検出器のPCBAセンブリの等角図である。

【0040】

【図21】図21は、図1のSEMのカラム又は対物レンズ内におけるS i P Mベースの検出器が取ることが可能な複数の位置及び構成を示す。

【0041】

【図22】図22A及び図22Bは、一般的な400メッシュのEMニッケルグリッドを異なる角度で示す概要図である。

【0042】

【図23】図23Aは、本発明の他の実施例による複合EDX-BSEDシステムの1つの実施態様を示す正面図であり、図23Bは図23Aの線23B-23Bに沿った断面図である。

【0043】

【図 2 4】図 2 4 A 及び図 2 4 B は 2 つのコンピュータ描画画像であって、図 2 4 A の画像は、図 2 3 A 及び図 2 3 B で示された電子トラップ上に取り付けられたシンチレータ-S i P M 連結対ベースの電子検出器を有する S E M を用いてサンプル表面を撮ったものであり、比較として、図 2 4 の画像は、(全領域を用いて、組成モードで)環状フォトダイオード検出器で撮ったものである。図 2 4 C 及び図 2 4 D は 2 つのコンピュータ描画画像であって、視野方向の表面形状の特徴によって生じ、ラインオブサイト検出器によって発生するシールド効果をしている。

【0 0 4 4】

【図 2 5】図 2 5 は、S i P M ベースの電子検出器を含む図 1 の S E M の X 線検出器の他の実施例の概要図である。

【図 2 6】図 2 6 は、S i P M ベースの電子検出器を含む図 1 の S E M の X 線検出器の他の実施例の概要図である。

【0 0 4 5】

【図 2 7】図 2 7 は、S i P M ベースの電子検出器を含む図 1 の S E M の X 線検出器の他の実施例の概要図である。

【図 2 8】図 2 8 は、S i P M ベースの電子検出器を含む図 1 の S E M の X 線検出器の他の実施例の概要図である。

【0 0 4 6】

【図 2 9】図 2 9 は、本発明の代替的な例示の実施態様による S E M の概要図である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0 0 4 7】

本明細書で用いられるように、「a」、「an」や「the」などの単数形は、文脈が明確に示さない限り、複数形を含む。本明細書で用いられるように、2 つ以上の部品又は構成部材が「結合される」という表現は、それら部品が接続されるか、直接に、又は、間接的に、即ち、リンクするように 1 又は複数の中間部品又は構成部材を介して、一緒に作動することを意味する。本明細書で用いられるように、「直結」は、2 つの構成部材が、互いに直接に接続するか、或いは、その間に他の中間構成部材、部品又は構成部材がなく、結合／接続材料又はカップリング剤によって、互いに結合される。本明細書で用いられるように、「固定して結合される」又は「固定される」は、2 つの構成部材が、互いに対して一定の方向を維持しながら、一体となって移動するように結合されていることを意味する。本明細書で用いられるように、第 1 のアイテムが第 2 のアイテムに「基づく」なる表現は、第 2 のアイテムが、第 1 のアイテムに対して直接的又は間接的に(例えば、1 又は複数の中間の計算及び／又は変換を介して)基礎として働くことを意味する(単独、又は 1 又は複数の追加アイテムを組み合わせてもよい。即ち、第 1 のアイテムは、第 2 のアイテムに単独で、又は第 2 のアイテム及び第 3 のアイテムの基礎となることができる)。

【0 0 4 8】

本明細書で用いられるように、「一体」という語は、構成要素が、単片又はユニットとして作られることを意味する。即ち、別々に作成され、次に、ユニットとして共に連結される部品を含む構成要素は、「一体的」な構成要素又はボディではない。本明細書で用いられるように、2 つ以上の部品又は構成要素が互いに「係合する」との表現は、それら部品が、直接に、或いは、複数の中間物を介して、互いに力を加えることを意味する。本明細書で用いられるように、「数」という語は、1 又は 1 より大きい整数(即ち、複数)を意味する。

【0 0 4 9】

本明細書で用いられる方向の語句、例えば、上、下、左、右、上方、下方、前、後及びそれらの派生語は、例示であって限定するものではなく、図面に示される要素の方向に関しており、明示されない限り、請求の範囲を限定するものではない。

【0 0 5 0】

図 1 は、本発明の 1 つの例示的な実施形態に従った S E M (1) の概要図である。S E M (1) は電子カラム (2) を含んでいる。電子カラム (2) は、通常、鉛直に配置されて、サンプル

チャンバ(3)に結合される。電子カラム(2)及びサンプルチャンバ(3)は、本明細書において、一纏めにして真空ハウジングと称することがあり、ポンピングマニホールド(4)を介して、真空にされる。場合によっては、サンプルチャンバ(3)は、単に「チャンバ」と、及び電子カラムは、単に「カラム」と称することがある。何れかが単独で言及される場合、それは真空ハウジング全体にも適用されることがある。電子源(6)を備える電子銃アセンブリ(5)は、カラム(2)の頂部に設けられる。電子源(6)は、カラム(2)内で、電子ビーム(7)を発生するように構成されており、ビームはサンプルチャンバ(3)内の経路を沿ってサンプル(13)へと進んで、最終的に、サンプル(又は試料)(13)に向けられて、当てられる。SEM(1)は、カラム(2)内に、1又は複数の集光レンズ(9)を更に含んでおり、それらは、「1次ビーム」と呼ばれる1次電子のビーム(7)を所定の径に収束させ、ビーム強度、即ち「プローブ電流」は、ビーム直径によって、強く増加する。SEM(1)のカラム(2)はまた、偏向(スキャン)コイル(10)と、極片として表される対物レンズ(12)とを含んでおり、更に電子ビーム(7)を小径に収束する。それにより、電子ビーム(7)は、選択された作動距離(11)(即ち、対物レンズ(12)の極片の底部とサンプル(13)の表面の間の距離)で、サンプル(13)上にて収束できる。サンプル(13)は、サンプルステージ(14)(又は試料ホルダ)の作用によって、幾つかの軸(通常、X-Y-Z-傾斜-回転)で位置決め可能である。スキャンコイル(10)は、電子ビーム(7)を偏向させて、サンプル(13)の表面にX-Y軸のラスタースキャンを生じる。図示の実施形態では、SED検出器(15)のような少なくとも1つのET検出器が存在しており、アクセスポートを介して、サンプルチャンバ(3)又はカラム(2)に入る。このような検出器(15)は、制御システム(16)(適切な電子処理回路から構成される)に電気信号を提供し、制御システム(16)は、次に、ディスプレイシステム(17)上に、2次電子画像を作成する。

#### 【0051】

本発明の1つの例示的な実施形態による電子検出器(18)は、サンプルチャンバ(3)内の対物レンズ(12)の極片の下側に配置される。例示的な実施形態の電子検出器(18)は、サンプルステージ(14)のサンプルチャンバ(3)内に配置されたサンプル(13)から後方散乱した電子(19)を検出するように構成されている。しかしながら、本明細書の他の箇所では説明されているように、電子検出器(18)は、サンプル(13)から発生した2次電子をモニタするように最適化及び/又は配置されてよい。電子検出器(18)は、電子を検出するために、少なくとも1つのシンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)(図2)を用いる。電子検出器(18)と、図1にて破線で示す、それを囲う領域とが、図2にて拡大して図示される。

#### 【0052】

図2を参照すると、例示的な実施形態では、以下で詳細に説明するように、シンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)は、光透過性接着剤(22)によって、少なくとも1つのシリコン光電子増倍管(21)(SiPM)に直接結合されたシンチレータ(20)を含む。光透過性接着剤(22)としては、例えば、光学接着剤(optical glue)、侵入油(immersion oil)、又は他の似たようなカップリング剤が挙げられる。シンチレータ(20)の放出領域のために高い透過率を有し、フレネル反射損失を小さくするために、屈折率ができるだけ基板に近い接着剤(22)が選択される。シンチレータ(20)は、これらに限定されるものではないが、イットリウム・アルミニウム・ガーネット(YAG)、イットリウム・アルミニウム・ペロブスカイト(YAP)、ZnO、SnO<sub>2</sub>、若しくはZnSベースの材料、又は、プラスチックシンチレータなどの任意の適当なシンチレータであってよい。例示の実施形態においては、シンチレータ(20)には、YAG:Ceシンチレータであり、EPI Optocast 3553-HMが、光透過性接着剤(22)として選択されている。

#### 【0053】

図2に示すように、シンチレータ(20)は、サンプル(13)の表面を視点として見た前面(26)と、反対側の後面(27)とを含む。典型的な非限定の実施例において、シンチレータ(20)は、側面(端部)(28)を有する矩形直方体であるが、他の形状のシンチレータであってもよい。図2に示されているように、例示的な実施の形態において、電子(例えば、後方散乱電子)がシンチレータ(20)の前面(26)に当たるように、シンチレータ-SiPM連結対ア

センブリ(18)が構成される。当該技術分野において周知のように、SiPM(21)は、一光子の解像度(single photon resolution)で、幾つかの光子からなる閃光を検出できる固体状態の装置である。SiPM(21)は、数百から数千もの小さく、独立した同じ検出要素(25)からなり、それらは、一般にマイクロセルとして知られている。各々には、図3に示されたデバイスの実施例のように、通常、正方形で、側部は数十ミクロンであり、例えば450ミクロンのウェーハ厚の共通の1枚のシリコン基板上に並列に接続される。検出要素(25)は、SiPM(21)(図2)の光検知面(29)を形成する。各検出要素／マイクロセル(25)は、例示的な実施形態では、シリコン基板上に、リソグラフィックに作製された受動クエンチガイガーモードアバランシェフォトダイオード(passive-quenched Geiger-mode avalanche photodiode)(APD)である。通常、矩形のマイクロセル(25)の両側は、25～100ミクロンのオーダーにされる。マイクロセルのサイズがより小さくなると、マイクロセルの密度が高くなって、より広いダイナミックレンジがもたらされる(より高いカウント率が、与えられたバイアス電圧で測定できる)。しかしながら、マイクロセルの数の増加は、マイクロセルの間においてそれらを囲む「デッドスペース」を増やして、ひいては、「フィルファクタ」(実際に光に反応する装置の有効領域の割合)を低下させて、その結果として、低効率となる。50ミクロンのマイクロセルのサイズでは、フィルファクタが0.5で、密度は400/mm<sup>2</sup>である。25ミクロンのセルを用いたSiPMは、1600/mm<sup>2</sup>の密度で、現在作製されている。各マイクロセル(25)は、リソグラフィの中で集積される大きな直列のポリシリコン抵抗器(33)(図3)を介して、他のマイクロセル(25)に対して並列に接続される。図4は、例示的な実施の形態に従ったマイクロセル(25)のより一般化した概要図であって、反射防止被膜層(32)、金属コンタクト(33)、SiO<sub>2</sub>層(35)、ガードリング(37)、その金属コンタクト(39)を示す。

#### 【0054】

各SiPM製造業者は、独自の設計を有しているであろうが、浅い接合技術(SiPMデバイスがp接合部上の浅いn<sup>+</sup>を有することを意味する)は、YAG:Ceシンチレータの特性のような緑の発光に対する通常の高感受性に加えて、光スペクトルの青色域にて高い量子効率を与える。このSJ-SiPM技術は、YAG:Ceの減衰時間よりも短い減衰時間を有するシンチレータが、本明細書で説明されているシンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)で用いられることを可能とする。それは最終的に、電子ビームの最も短いドウェルタイムに合わせることが可能な装置を提供するために必要とされるであろう。このような短いドウェルタイムは、ビームに反応する(beam sensitive)サンプルのために必要とされ、迅速な自動特徴解析が必要である場合、処理量を増加する。YAG:Ceシンチレータは、550ナノメートル付近の波長(緑色光)を放射し、80ナノ秒オーダーと報告されている回復時間を有する。YAP:Ce(Ceドープされたイットリウム・アルミニウム・ペロプスカイト)シンチレータは、385ナノメートルの波長領域(スペクトルの紫領域の方であり、UV領域付近)で放射し、20ナノ秒オーダーであることが報告されている。ZnO:Gaシンチレータは、YAP:Ceと同様の領域で放出し、YAPより1桁速く、2ナノ秒であることが報告されている。従来のET検出器内でのYAP又はZnOシンチレータの使用は、問題があったであろう。何故なら、400ナノメートル付近の放出波長は、光ガイドが、可撓性アクリルよりも水晶でできている事を必要とするからである。検出器の設計者の大半は、通常、可撓性アクリルを好む。

#### 【0055】

SiPMは、1990年代に開発され、光子計数の用途として主としてロシアで用いられていた(B. Dolgoshein, et al, "Nuclear Instruments and Methods in Physics Research" A 563 (2006) 368-376)。SiPMは、半導体の小さくて低電圧な装置であり(PMTの数百又は数千ボルトと比較して数十ボルトである)、磁場の影響を受けない。これらの装置の開発における最近の新たな関心は、プロトン放射断層撮影(PET)と核磁気共鳴画像(MRI)装置とを組み合わせる場合に、磁場の影響を受けない電子倍增技術を必要とすることによって動機づけられた。

#### 【0056】

しかしながら、電子顕微鏡法の撮像素子として Si PMを用いることは、本発明より以前には、光子計数装置開発及び医学画像の分野、又は電子顕微鏡法の分野の開発者の何れによっても検討されていなかった。医療用画像装置の PMTを超える Si PMの利点は、単一光子の計数が当該分野における開発の要請及び焦点の両方であって、電子顕微鏡において、小さく、低電圧で、速く、可動性があり、効率的な電子検出装置として、シンチレータ-Si PM連結対の開発を予測しなかった。

#### 【0057】

空乏領域の幅が非常に小さく、ガイガー型放電が極めて短いことから、Si PMは、本質的に速い装置であって、100ナノ秒オーダーの回復時間を有する。シングルセルのパルス減衰時間は更に、クエンチ(quench)抵抗の値とセルの容量とにより決定される(図5参照、図5は、複数のマイクロセル(25)を示した Si PM(21)の回路図である)。クエンチ抵抗に依存していることは、Si PMの速度を更に上げることに、可能な1つの方向性を与える。PMTと比較して、それらは非常に小さく、より耐性があり、動作に低電圧だけを必要とし、マイクロマンニピュレータ、又は他の適切な幾つかの機械的位置決め機構を用いて、インサイチュに位置決め可能である。既に述べているように、シンチレータ-Si PM連結対アセンブリ(24)の速度を改良する他の可能性な別の拠り所は、より速いシンチレータを使用することである。最初の試験は、しかしながら、Si PM(21)が YAG:Ce シンチレータ(20)に直接結合しているような、本明細書に説明されているシンチレータ-Si PM連結対アセンブリ(24)を有する現在の電子検出器(18)であっても、非常に速い走査速度で画像を提供できることを示している。図6A及び図6Bは、夫々、1ピクセル当たり100及び500ナノ秒で、電子検出器(18)を用いて、収集されたコンピュータ描画画像である(HV20kV、ビーム電流9.7nA、WD5mm)。

#### 【0058】

さらに、バルクフォトダイオードと比較すると、Si PMは、より速く、1ピクセル当たり100ナノ秒オーダーのドウェルタイムに合わせることができる。MCPと比較しても、それらは、上述した速度の優位性を有しており、低真空環境又は大気中でさえも動作できる。

#### 【0059】

プロポーショナルモード、即ち、デバイスのブレークダウン電圧に近いが、それより下の比較的高い電圧で使われる場合、領域が広い単一のアバランシェフォトダイオード(APD)が、BSEイメージング用に使用できることが知られている。エネルギー電子が検出器に吸収される場合、それらは電子正孔対を生成し、それらは、その後、ディスプレイの輝度を調整するために使用される出力電流をもたらす。比較的高い逆バイアスは、生成された電子(正孔ではない)を、それら自身が衝撃イオンを生成できるように十分に加速し、アバランシェを起こす。このモードでは、APDは、10から数百の間のゲインを有する一方で、入射事象の数とデバイスの出力電流との間の比例関係、ひいては、ディスプレイ上の画像輝度をなお維持する。しかしながら、大きな装置サイズとその容量に加えて、さらに電子回路を集積する必要から、デバイスは比較的に遅くなってしまい、それ故に、最新のSEM(100~500ナノ秒のドウェルタイムでよく作動され、極限速度は、1ピクセル当たり20~50ナノ秒の範囲である)の短いドウェルタイムでは使用できなくなる。

#### 【0060】

APDが、限定ガイガーモード(limited Geiger mode)で用いられる場合、即ち、ブレークダウン電圧より10~25%上で駆動された場合、それは(シングルフォトンアバランシェフォトダイオード)SPADと呼ばれる。この動作モードにおいて、生成された電子とホールとの両方は、引き続いてイオン化をもたらすのに十分なエネルギーを有しており、自己伝播連鎖反応(self-propagating chain reaction)が起こる。約 $10^6$ の非常に高いゲインが、実現される。このモードでは、しかしながら、シングルイベントは、完全なアバランシェ、即ち、デバイス内での飽和を引き起こす。デバイス内のシングルイベントから生じる電流は、複数イベントから生じるものと同じである。その結果、デバイスは、

バイナリとなって、有用な画像を作成できない。A u l l 等の「"Geiger—Mode Avalanche Photodiodes for Three—Dimensional Imaging," Lincoln Laboratory Journal, Volume 13, Number 2, 2002」では、アバランシェを遮断(又は「クエンチ」)して、A P D が他のイベントを検出できるようにするために、A P D は、「受動的」又は「能動的」の何れかでクエンチされる。(図 5 の略図に示されているような)受動クエンチ(passive quenching)では、A u l l にて述べられているように、デバイスは、ブレークダウンより上のあるバイアスまで荷電されて、開回路にされる。オンになると、A P D は、ブレークダウン電圧よりも上でなくなって、アバランシェが消失するところまで、自身の容量を放出する。能動クエンチ回路(active quenching circuit)は、A P D が自己放電を開始する時を検出して、シャントスイッチによって、ブレークダウンより下へと、急速にそれを放出する。アバランシェをクエンチする十分な時間の後、それは、スイッチを用いて、A P D を急速に再充電する。

#### 【0061】

本願明細書にて他で議論されているように、S i P M、例えば S i P M (21) は、リトグラフィカルに製作されたデバイスであり、限定ガイガーモードで駆動される複数の S P A D マイクロセル(25)を単一のシリコン基板上に含み、各マイクロセル(25)は、通常、25 ~ 100 ミクロン平方であって、受動クエンチ抵抗(図 3 及び図 4)を有している。ある製造業の 50 ミクロンのセルを用いた典型的なデバイスは、 $400 / \text{mm}^2$  のセル密度を有する一方で、25 ミクロンのセルを有するデバイスは、 $1600 / \text{mm}^2$  の密度を有する。各セルは、受動クエンチされた個別のデバイスについて、上述したように正確に働く。しかしながら、S i P M では、1 つのイベントは、1 つのセルにてアバランシェをトリガするが、同時に起こったイベントは、別のアバランシェをトリガして、全てのセルの出力が、一緒に合計される。

#### 【0062】

図 2 を再度参照すると、複数の後方散乱電子(19)の 1 つの後方散乱電子が、シンチレータ(20)に当たると、複数の光子(30)が発生する。次に、S i P M (21)に向かう各光子(30)は、S i P M (21)の別々のマイクロセル(25)に当たって、1 対の電子—正孔を生成する可能性が高い。各キャリア、即ち電子と正孔は、それ自身が 1 対の電子正孔を生成するために十分なエネルギーを有しており、アバランシェが起こる。これは、各マイクロセル(25)内で、1, 000, 000 オーダーのファクタで、光子(30)によって発生される 1 つのキャリアを増幅する。マイクロセル(25)のアバランシェによって生じる電流は、光子(30)のエネルギーから独立しており、それはセンサによって発生した電荷の量子(quantum)である。n 個の光子(30)が、S i P M (21)に到達するならば、上述の機構は、光子(30)が当たる各マイクロセル(25)で発生する。センサにより伝達される電荷は、故に、量子パケットの n 倍となる。この機構を利用して、S i P M (21)の出力信号は、単一光子分解能で光強度に比例している。このプロセスは、図 7 に図示されている。

#### 【0063】

このようにして、限定ガイガーモード(S P A D)で作動される A P D のゲインが実現される一方で、同時に、入射事象の数に対するデバイスの出力電流の比例関係が維持される。各マイクロセル(25)は、バイナリ装置として動作するが、S i P M (21)自体は、アナログ検出器である。活性化するセルの数は、事象の強度が高くて、全てのセルが活性化して飽和に至るまで、入射事象に比例する。ダイナミックレンジは、マイクロセル(25)が多数であるので基本的に高いが、効率を犠牲にして、マイクロセル(25)をより小さくして密度をより高くすることによって増加できる。実際には、飽和に至ると、1 次電子ビーム電流が減少して、画像解像度が増加するという付随した利点がある。

#### 【0064】

シリコン光電子増倍管は、マルチピクセル光子検出器(M P P D)、マルチピクセル光子計数器(M P P C)、マルチピクセルアバランシェフォトダイオード(M A P D)、及び他の様々な名称で知られている。

#### 【0065】

図2に示すように、典型的な構成において、シンチレータ(20)の後面(26)は、光透過性接着剤(22)によって、SiPM(21)の光検知面(29)に直接結合される。従って、前面(26)に当たった電子に反応してシンチレータ(20)で発生して、後面(27)の方に向かう光は、SiPM(21)の光検知面(29)に入射する。本明細書の他の箇所でも述べたように、SiPMは、1mm平方から1cm平方であって、厚さ約0.5mmの比較的小さなデバイスである。さらに、シンチレータ(20)は、0.5mmから50ミクロンの範囲の厚さで、ほぼ一致する面積で作製されてよい。従って、シンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)を、薄いPCB(23)上に置くことができ、デバイスに数mmの総厚さがもたらされる。その結果、シンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)は薄いデバイスになって、SEM(1)等のEMにおいて、サンプル(13)と対物レンズ(12)(「最終レンズ」)との間の領域内に適合して、短い作動距離(11)を用いる能力を維持できる。この固有の能力の重要な特徴は、SiPM(21)と面同士で(face to face)直接接触することによって、従来のシンチレータ-光ガイドの組合せで必要とされるスルーエッジ(through-the-edge)技術よりも、シンチレータ(20)からの光がより効率的に送られることである。

#### 【0066】

図1を再度参照すると、電子検出器(18)(例示的な実施の形態では、BSEDである)は、サンプルチャンバ(3)に設けられた真空フィードスルー(feed-through)(36)を通過するワイヤ(34)(例えば、バイアス線、信号線及び接地線)を介して制御システム(16)に繋がれる。真空フィードスルー(36)は、非常に小さくでき、本明細書に記載された他のタイプの検出器及び/又はビーム源を取り付けるためには用いられていないサンプルチャンバ(3)(又は、カラム(2))の部分に配置される。SEM(1)の電子ビーム(7)が、試料(13)の微小領域に衝突すると、電子が、その場所から放射されると共に(SE)、電子が、後方散乱される(BSE)。与えられた1次ビーム電流と電圧に対して、電子の強度は、とりわけ、表面形状と元素組成に依存する。本明細書の他の箇所でも記載されているように、十分なエネルギーの電子が、シンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)のシンチレータ(20)に衝突すると、光量子(30)が放射されて、幾つかは、シンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)のSiPM(21)に入射する。結果として生じた出力電流は、シンチレータ(20)で放射された光強度に比例しており、さらには、シンチレータ(20)の前面(26)と衝突する瞬間的な電子強度に比例している。例示的な実施の形態では、SiPM(21)の出力電流は、トランスインピーダンスアンプ(TIA)に提供される。それは、同じPCB(23)上に置かれるか、シンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)付近に近接して配置され、接続されているが別個のPCB上に取り付けられるか、又は、フィードスルー(36)の真空側に直接取り付けられてよい。TIAは、SiPM電流を電圧パルスに変換する。上述した全ての実施の形態では、サンプルチャンバ(3)又はカラム(2)内のTIAの配置は、多数のノイズ生成装置や電源に曝され得るサンプルチャンバ(3)又はカラム(2)の外側に配置される場合よりも、ノイズが更に低い環境の利益を得られる。好ましい構成では、TIAの出力は、マルチピン真空フィードスルーの真空側に接続される。サンプルチャンバ(3)又はカラム(2)の内側へ配置することが制限される場合、TIAの配置は、実際には、サンプルチャンバ(3)又はカラム(2)の外側にされてよい。次に、ワイヤ(37)が、制御システム(16)へ入力を提供し、その信号は、デジタル化されるか、直接用いられて、ディスプレイシステム(17)のモニタの輝度が調整される。シンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)からの信号は、1次電子ビーム(7)のピクセル毎のラスタースキャンと同期して測定される。このようにして、サンプル(13)の走査領域の画像が作成される。結果として生じる画像の倍率は、獲得した画像の長さ寸法(linear dimension)と入射電子ビーム(7)によって走査されたサンプルにおける対応する寸法との比である。従って、本発明の1つの形態によれば、シンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)は、SEM(1)にて発生した後方散乱電子(BSE)の瞬間的な電子強度を測定するために用いられる。

#### 【0067】

本明細書の他の箇所でも記載されているように、SiPM(21)でもたらされる重要な利点は、高いゲイン、小さなフォームファクタ(form factor)、及び低動作電圧(PMTにおい

て典型的な 1 k V に対して、3 5 V) を含んでいる。シンチレータ－S i P M 連結対アセンブリ(24)に取り付けられた P C B の小さなフォームファクタは、本発明において特に重要である。それによって、複数のアセンブリが、チャンバのアクセスポートを用いる必要なく、S E M(1)のカラム(2)又はサンプルチャンバ(3)内の主要な場所に配置できるからである。このことは、次の 2 つの効果を呈する：1) S E M(1)内にてサンプルの複数のイメージング視点を可能として、S E M(1)によって提供される情報内容が改善される。2) それは、従来技術では P M T によって塞がれていたであろうポートを、他のタイプの検出器又はマニピュレータの使用のために解放する。また、上述したように、これは、電子検出器(18)を、サンプル(13)と対物レンズ(12)の極片の間の領域に配置することを可能とする一方で、短い作動距離(11)を維持する。シンチレータ－S i P M 連結対アセンブリ(24)は、光ガイドと、それに関連した費用の必要性とを取り除く。さらに、本明細書の他の箇所で記載されているように、従来技術のように、シンチレータ・ディスクの端を通った接続に制限されておらず、シンチレータ(20)の後面(27)は、光透過性接着剤(22)の薄膜によって、S i P M(21)の光検知面(29)と面同士で直接結合しており、光収集効率の増加が達成される。従来技術では、1 5 mm 径で、1 mm 厚さのシンチレータの端部を通して、光ガイドによって集められる光の量は平均して、シンプルなデザインのディスク内で発生した光の僅か 5 ～ 7 % となる一方で、デザインとカップリングの注意深い最適化は、略 1 5 % 平均まで効率を改良する。しかしながら、光が、同じディスクの後面全体から取り出されるならば、効率は 6 0 % に改善されるであろう。シンチレータ－S i P M 連結対アセンブリ(24)の場合、後部全体が、収集のために常に使われる。従って、最終レンズの極片の下側に最適に配置された場合、与えられた面積について、シンチレータ－S i P M 連結対アセンブリ(24)は、さらに 4 倍効率的になる。

#### 【0068】

上記の例示的な実施形態では、電子検出器(18)が後方散乱電子をモニタするために最適化されているが、電子検出器(18)は、2 次電子をモニタするためにも最適化されてよいことは理解されよう。大抵の場合、S E M は、2 つ以上の電子検出器を含んでおり、各々は特定の方法で最適化される。2 次電子と後方散乱電子とのエネルギー差のため、異なる検出器構成が、2 つの信号のために必要とされてよく、最終画像は、異なる情報内容を含む。本明細書の他の箇所に述べられているように、S E D は、検出器に向けてサンプル表面から S E を引き出し、それらを十分なエネルギーに加速して、シンチレータを活性化するのにバイアス電圧を必要とする。しかし、この機能を与えることで、バイアス電圧はまた、検出器への視線を有さないサンプルの領域から、表面形状の特徴部の周辺で低エネルギー電子を曲げることができる。後方散乱電子は、1 次ビーム(7)のエネルギーまでで、非常に高エネルギーであり、バイアス電圧の必要性を取り除いて、陰影情報を保持して、サンプルの表面形状を表す画像をより確実に作成する。

#### 【0069】

図 1 に示すように、S E M(1)も、X 線検出器(38)を含む。B S E 信号の強度は、サンプル(13)の原子番号(Z)に強く関連する。故に、ある実施例では、後方散乱電子を集めるように構成された電子検出器(18)によって集められた B S E 信号は、直接的な元素分析を提供する X 線検出器(38)を補うために用いられる。

#### 【0070】

B S E D は、通常、S E M の対物レンズの極片の下側に配置され、可能な限り近接した環状のデバイスである。この構成は、サンプルを短い作動距離で配置することを可能とし、それによって、サンプルから検出器までの 9 0 ° 近い視線を保持すると共に、高い画像解像度と高い B S E 強度を提供する。図 8、図 9 及び図 1 0 は、それぞれ、平面図、底面図、及び拡大図であり、S E M(1)において B S E D として用いられる電子検出器(18)の 1 つの特定の実施例を示している。

#### 【0071】

この実施例では、電子検出器(18)は、サンプルチャンバ(3)(又はカラム(2))内に、電子検出器(18)を取り付けるために用いられる取付ブラケット(44)を含む。P C B アセンブリ

(46)は、取付ブラケット(44)の遠位端に取り付けられる。P C Bアセンブリ(46)は、電子ビーム(7)が電子検出器(18)を通過して、サンプル(13)に到達できるように構成された開口部(50)を有する基板(48)を含んでいる。図示の実施例では、開口部(50)は円形であって、P C Bアセンブリ(46)の遠位端は、略環状であるが、矩形又は四角形でもよい。1つの特定の例示的な実施の形態において、P C Bアセンブリ(46)は、入射した後方散乱電子、又は2次電子による帯電を防ぎ、必要なグランド接続及びバイアス電圧を持つように構成されている。

#### 【0072】

図8及び図9に示されるように、電子検出器(18)の実施例は、本明細書の他の箇所の説明しているような、基板(48)の底部に設けられた4つのシンチレーターS i P M連結対アセンブリ(24)(例示的な非限定の実施形態ではY A G : C eシンチレータを備える)を含んでいる。特に、2つの $1\text{ mm}^2$ シンチレーターS i P M連結対アセンブリ(24)が、1つの軸上で互いに対向して設けられており、そして、最初の軸に対して $90^\circ$ の軸にて、2つの $16\text{ mm}^2$ ( $4\text{ mm} \times 4\text{ mm}$ )シンチレーターS i P M連結対アセンブリ(24)が、互いに対向して設けられている。しかしながら、ある実施例では、このコンセプトは、様々な数の独立したデバイスと、略 $1\text{ cm}^2$ までの範囲のサイズに及ぶことが理解されるであろう。加えて、垂直な電子ビームのサンプル(13)上への入射と合わせて用いられる場合、この種の対称形の空間は、片寄りのない表面形状の図を提供する。

#### 【0073】

導電トレース(52)は、基板(48)の底面に設けられており、シンチレーターS i P M連結対アセンブリ(24)への電気的な結合を行う。また、図8に示すように、ワイヤ(54)は、基板(48)の上面を進み、制御システム(16)から電子検出器(18)への電気的接続を可能にする。ワイヤ(54)は、基板(48)に形成された孔を通して延びて、導電トレース(52)にはんだ付けされる。例示の実施形態では、各シンチレーターS i P M連結対アセンブリ(24)、又は一組のシンチレーターS i P M連結対アセンブリ(24)は、独立にオン又はオフできる。加えて、それらの出力は、適当な電子回路又はソフトウェアにより操作できる。例えば、全ての出力は、組成のコントラストが強い画像を作成するために合算でき、また、カラム(2)の中心線の一方の側の装置からの信号は、表面形状のコントラストが強い画像を作成するために用いることができる。従って、この能力は、フォトダイオードを用いた分割型検出器に似ているが、シンチレータ検出器のゲインと速度を提供する。

#### 【0074】

(サイズが異なるシンチレーターS i P M連結対アセンブリ(24)の使用を含む)この設計は、デバイスサイズと収集のアクティブ領域との間でのトレードオフを修得するために選択された。

#### 【0075】

図11～図13は、代替的な電子検出器の実施例において(即ち、P C Bアセンブリ(46)の代わりとして)使用され得るその他のP C Bアセンブリの構成を示す。具体的には、図11は、P C Bアセンブリ(46')を示しており、それは、基板(48')の開口部(pass-through)(50')周りにて均等に離間した4つの $4\text{ mm} \times 4\text{ mm}$ ( $16\text{ mm}^2$ )のシンチレーターS i P M連結対アセンブリ(24)を含んでいる。図12は、P C Bアセンブリ(46'')を示しており、それは、基板(48'')の開口部(50'')の一方の側に、2つの近接する $4\text{ mm} \times 4\text{ mm}$ のシンチレーターS i P M連結対アセンブリ(24)を含んでおり、基板(48'')の開口部(50'')の反対側に、2つの近接する $4\text{ mm} \times 4\text{ mm}$ ( $16\text{ mm}^2$ )のシンチレーターS i P M連結対アセンブリ(24)を更に含んでいる。加えて、2つの $1\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ ( $1\text{ mm}^2$ )のシンチレーターS i P M連結対アセンブリ(24)が、 $4\text{ mm} \times 4\text{ mm}$ のシンチレーターS i P M連結対アセンブリ(24)の間にて、開口部(50'')の両側に配置される。図13は、P C Bアセンブリ(46''')を示しており、それは、基板(48''')の開口部(50''')の周りに配置された8つの $4\text{ mm} \times 4\text{ mm}$ ( $16\text{ mm}^2$ )シンチレーターS i P M連結対アセンブリ(24)を含んでいる。図13の実施例では、S i P M(21)のボンディングパッド(49)が示されており、近接する $4\text{ mm} \times 4\text{ mm}$ のシンチレーターS i P M連結対アセンブリ(24)が、互いに接

続されることに留意のこと。この理由については、後述する。

#### 【0076】

図8～図13に示された電子検出器(18)の実施例は、制御システム(16)と関連ソフトウェアが、シンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)の各々から独立して画像を取得するか、或いは、それらの任意の数又は全てを足し合わせることを可能としている。従来技術では、カラム中心線周りに対称的に2又は4つのフォトダイオード若しくはバルクAPDが使用されることで、試料の表面形状図を提供するために中心線の一方側だけから画像の収集を可能にするか、或いは、組成のコントラストで特色づけられた画像を提供するために、全てのセグメントからの画像の収集を可能としていた。従来技術では、シンチレータディスクの使用はより明るい画像をより早く提供したが、複数のシンチレータ、光パイプ、及びPMTを用いることなく、このセグメント化を可能としておらず、複数の検出器で占められる空間に加えて費用が追加されることによって、多くの状況で非実用的である。本明細書にて提案されているデバイスは、セグメント化された画像能力を与える一方で、従来技術のシンチレータディスクのユニット領域毎の速度と輝度をもたらす。

#### 【0077】

セグメント化に関しては、セグメントの数を増加させることに大きな利点があるとは考えられない一方で、電子回路の複雑さは、チャンネルの数に比例して増加する。従って、図13では、我々は、チャンネル毎に2つのデバイスを使用することを選択し、電子回路の複雑さを増加させずに、有効領域を増加させることにした。これは、独特な実施の形態である。従来のシステムでは、半導体検出器(ダイレクト電子検出器(direct electron detector))が用いられている。何故なら、セグメント化と、組成又は表面形状のイメージングを選択する能力とを得るために、図10に示された構成と似たものに、それらを取り付けるのが簡単だからである。電子検出器(18)は、ダイレクト電子検出器を超えたSiPM(21)のより高いゲイン(一般的なフォトダイオードの $10^2 \sim 10^3$ に対して $10^6$ )を利用できるが、サイズが小さく、取付が簡単なままである。加えて、4つの一般的なフォトダイオードと比較して、シンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)を用いることは、そのSiPMの設計とバルクデバイスと比較したガイガーモードでのその使用とによって、より早い走査速度でのイメージングを可能にする(現在のデバイスでは、1ピクセルにつき最高100ns)。シンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)のサイズを小さくする利点は、シンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)、即ち信号源に非常に近接しており、取付ブラケット(44)又は基板(48)に取り付けられたASIC電子回路を用いることができることである。これは、図14に示されており、ASICチップ(56)は、代替的な更なる電子検出器(18')にて取付ブラケット(44)に取り付けられている。例示の実施例では、ASICチップ(56)は、TIAアンプ機能を実施し、各SiPMに連結されており、各SiPMの信号を受信して、各SiPMで発生する電流パルスを電圧パルスに変えて、その後、各電圧パルスを増幅する。シンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)及びASICチップ(56)の信号処理電子回路の近接した結合は、サンプルチャンバ(4)の外側に、離れた電子回路へと導く信号ワイヤが拾うノイズを小さくできる可能性がある。我々は、信号源の近くにTIAの機能を設ける方法を説明しているが、最大の利点は、単に、サンプルチャンバ(3)又はカラム(2)内にTIAを維持することで生じるであろう。これで、SiPM(21)からの信号を運ぶワイヤとTIA自体とが、サンプルチャンバ(3)又はカラム(2)の外側に存在する多くのノイズ源から保護される。それは、本明細書に記載されている電子検出器の最小サイズと最大の可動性が維持できるように、SiPM(21)への撓みケーブルを用いて、開口部(36)の真空側に直接取り付けられる。

#### 【0078】

他の例示的な実施例による小型電子検出器(18'')の概要図が、図15に示されている。このデバイスは、PCB基板(48)上に取り付けられた4つの $1\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ のシンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)を示しており、PCB基板(48)は、幅3.5mm、長さ10mm、総厚が2mm未満である。当然のことながら、図15に示される装置は、考えつく最小の装置でない。何故なら、PCB(48)は、2つのシンチレータ-SiPM連結

対アセンブリ(24)だけを用いることで幅を、ボンディング手法を最適化することで長さを低減できるからである。

#### 【0079】

本明細書で説明した電子検出器の実施例における小型化及び高可動性を拠り所にして生かしている別の例示の実施形態が、図16及び図17に示されており、(2つのシンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)だけを使用する)図15の小型電子検出器(18')が、機械式位置決めデバイス(51)の端部に取り付けられている。このようにして、電子検出器(18')は、サンプルに、実際には、サンプルの特定の領域に提供される。それは、開口部(50)が、電子ビームのための開口として用いられるように配置できるか(図16)、或いは、2つのシンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)が、側部からサンプルに向くように配置できる(図17)。後のモードでは、サンプルは、高角度(ビームの浅い入射)で傾けられることができ、図17の電子検出器(18)は、前方錯乱電子検出器(Forward Scattered Electron Detector)(FSED)となる。FSE、それ故にそれらの結果として生じる画像は、結晶方位及び回折によって、大いに影響される。このような方位のコントラストは、通常のBSE又はSE画像では見ることができない。何故ならば、前方散乱形状を得ることができない位置に、検出器がしっかりと固定されているからである。

#### 【0080】

さらに、ユーザの目的とサンプルタイプに応じて、1次電子ビーム電流が数ピコアンペアから100ナノアンペア以上まで変化し得るので、SEMの後方散乱電子検出器は、通常、広いダイナミックレンジにわたって作動しなければならない。与えられた平均原子番号、1次ビーム条件、及び幾何学的配置に対して、BSE強度は、1次ビーム電流に応じた大きさになるだろう。本発明では、SiPM(21)は、高画素密度とバイアス電圧の適切な調整とによって、必要とされるダイナミックレンジを取り扱うことが可能とされている。しかしながら、最適な画素解像度を得るのに用いられる非常に低いビーム電流、又は、サンプルのビーム感受性が非常に高いので非常に低いビーム電流では、SiPM(21)の固有の熱ノイズは、その動作温度を低下させることによって、最適なパフォーマンスのために小さくできる。シリコンの熱ノイズは、動作温度が10℃減少する毎に50%減少することが知られている。

#### 【0081】

図18及び図19は夫々、別の実施形態に従った電気検出器(18'')の正面図と等角図であって、BEDとして図1のSEM内で用いられてよく、SiPM(21)を冷却することによってパフォーマンスが最適になるように構成されている。図18及び図19では、電子検出器(18'')は、SEM(1)の対物レンズ(12)の極片の下側の位置で、SEM(1)のサンプルチャンバ(3)内に取り付けられている。この実施例では、電子検出器(18'')は、サンプルチャンバ(3)内に電子検出器(18)を取り付けるのに利用される取付アーム(60)を含んでいる。加えて、冷却アセンブリ(62)は、取付アーム(60)の遠位端に結合されている。図示した実施例では、冷却アセンブリ(62)は、ヒートパイプ(64)(又は、単なる銅棒若しくはコールドフィンガ(cold finger))に連結する熱電クーラ(TEC)(66)(周知のように、ペルチェ効果を利用している)を含む。PCBアセンブリ(68)は、TEC(66)に結合される。

#### 【0082】

図20は、PCBアセンブリ(68)の等角図である。PCBアセンブリ(68)は、PCBアセンブリ(46)(図8～図10)と同様な複数の構成要素を含んでおり、それらには、開口部(50)を有する基板(48)、シンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)、及び導電トレース(52)(導電トレース(52)への電氣的接続は、フレックス回路又はワイヤの束の形にできる)が含まれている。加えて、基板(48)は、熱伝導部材(70)に設けられており、熱伝導部材(70)は、例示の実施例では金属(例えば、銅)スプレッダーである。図18に示されるように、熱伝導部材(70)は、TEC(66)を介してヒートパイプ(64)に結合される。

#### 【0083】

動作中、TEC(66)は熱伝導部材(70)を冷却し、それは次に、基板(48)とシンチレータ

ー S i P M 連結対アセンブリ (24) を冷却する (温度分布は、S i P M (21) に渡って均一に保たれる)。熱は、ヒートパイプ (64) によって外部のヒートシンク (図示せず) へと除去される。ある特定の非限定的な実施例では、ヒートパイプ (64) は、サンプルチャンバ (3) 内に設けられている真空フィードスルー (36) を介して、サンプルチャンバ (3) の外に熱を伝える。代替的な実施例では、T E C (66) は、サンプルチャンバ (3) の外側に配置されてよく、ヒートパイプ (64) は、熱伝導部材 (70) と T E C (66) の間に熱的結合をもたらす。

#### 【0084】

例示的な実施例では、冷却アセンブリ (62) の温度減少目標は、少なくとも  $50^{\circ}\text{C}$  (即ち、 $\Delta T = 50^{\circ}\text{C}$ ) であり、 $-20^{\circ}\text{C}$  の範囲で達成可能な動作温度であって、16 のファクターで S i P M (21) の固有熱ノイズ (暗電流) を減少することを示唆するであろう。大きな  $\Delta T$  は、特定の T E C (66) の適切な選択と熱設計とによって達成可能であり、低い動作温度が達成できるが、サンプル交換のためにサンプルチャンバ (3) が真空にされる時に、凝集 (condensation) が問題となり得る。動作温度は  $-20^{\circ}\text{C}$  未満が望ましく又は必要とされるが、S E M (1) の排気制御のインターロックは、空気がサンプルチャンバ (3) 内に導入される前に、(時間遅れ又は発熱体を用いて) デバイスが十分に暖まることを保証できると想定される。

#### 【0085】

S E M の電子カラム内に配置され、試料面から発生してカラムの光軸の近くの経路をたどる電子、カラム内に戻る電子を検出する検出器を用いることが、近年、高解像度装置においてますます一般化している。それらの電子は、S E M カラムの最終集束レンズ (対物レンズ) を通って再び入り、対物レンズ内、又はカラムの上方の何処かで検出される。それ故に、これらのデバイスは、インレンズ検出器、又はスルーザレンズ (through-the-lens) 検出器と呼ばれる。

#### 【0086】

通常、インレンズ検出器を用いる利点は、より良好な電子収集効率とより高い画素解像度とにある。インレンズ検出器の使用によってサンプルを極めて短い作動距離に配置できるので、高画素解像度が得られる。従って、このような検出器は、S E M では一般的であり、ハイエンドの高解像度装置に、普通に設けられている。しかしながら、本明細書の他の箇所では説明されているような典型的なシンチレータ-光ガイド-P M T 配置に基づいて、このようなインレンズ検出器を実施する場合の大きな問題は、(全ての方向で、数センチメートルオーダーである) P M T の大きさである。結果として、本明細書の他の箇所では説明されているように、従来技術を適用すると、P M T は、レンズ又はカラムの外側に配置されなければならない。対照的に、シンチレータは、(例えば、環状型検出器の軸周りにて) カラム軸の近くよりむしろカラム内に配置されなければならない。更に、P M T 及びシンチレータは、光ガイドによって接続されなければならない。

#### 【0087】

上記した従来技術の構成の要請は、多くの不利益をもたらす。例えば、本明細書の他の箇所では説明されているように、カラムのエンベロープは、外部の P M T への光ガイドを提供するボア/孔を組み入れる必要がある。検出器が対物レンズ内にある場合、孔は、対物磁気回路を通過しなければならない、磁場の均一性と対称性を乱すことは避けられない。不均一な磁場の影響は、(孔に近い) 特定の量の磁性材料のより高い飽和と、最終的に得られる画像解像度を劣化させる最終レンズの光収差である。この影響を小さくするために、カラムにボアが開けられる場合はいつでも、対応するボアがその反対側が開けられて、最初の孔によって生じる任意の非対称な場の変化が平衡にされる。加えて、光ガイドを通して転送される際の光の損失がある。光ガイドはまた、カラム内に加えてチャンバ内の空間を占めて、対物レンズからチャンバ壁まで延びる。さらに、光ガイドはカラムから出なければならない、他の部品 (例えば、レンズコイル) と干渉し得るので、光ガイドは、カラム軸に沿って自由に配置できない。従って、従来技術の検出器の位置は、特定の空間に限られている。この位置は、最大検出効率にとっては最適でないだろう。

#### 【0088】

一方、本明細書の他の箇所で述べているように、S i P M (21) のような S i P M は、非常に小さなデバイスであって、P C B に取り付け及び接着されるシンチレータ－S i P M 連結対アセンブリ (24) は、1. 5 mm と同程度の厚さか、より薄くてもよい。故に、本発明の 1 つの態様では、インレンズ又はスルーザレンズ検出器は、カラム又は対物レンズの内部にシンチレータ－S i P M 連結対アセンブリ (24) を完全に配置して実施される。このようなケースでは、デバイス及びその取付けが、ボアや孔を必要とすることでカラムのエンベロープ又は磁気回路を害することはないだろう (ワイヤだけが、外部の電子機器と連結するために必要である)。また、本明細書の他の箇所で述べているように、光ガイドを必要としないので、シンチレータ (20) と S i P M (21) の直接結合は、光損失を最小にするだろう。これはまた、(シンチレータ無しで) 電子の直接検出を可能とし、デバイスをより小さくするであろう。

#### 【0089】

図 21 は、S i P M ベースの検出器 (72) について、可能性がある複数の配置及び構成を示しており、検出器 (72) の各々は、本発明の他の実施形態に応じて、本明細書に記載されているシンチレータ－S i P M 連結対アセンブリ (24) を含んでいる。全てのケースにおいて、S i P M ベースの検出器 (72) は、電子カラム (2) 及び／又は対物レンズ (12) 内にあり、配線及びフィードスルー (74) を用いて信号が引き出されるので、レンズ磁気回路を通る孔を開ける必要がない。配線及びフィードスルー (74) は、対物レンズ (12) の外側に配置できる。アクティブな表面がカラム軸に平行に配置される検出器 (72) は、1 つのセグメント (72-1) 又は複数のセグメント (72-2) の構成とすることができ、方位角的に分解された (azimuthally resolved) 電子の収集を可能にする。環状検出器 (72) は、対物レンズの内側 (72-3) 又は上方 (72-4) に配置してもよい。このような環状検出器 (72) は、方位角的に分解された電子の様々な部分を集めるために、異なった内径と外径を有してよく、又は放射状にセグメント化されてもよい。このような検出器 (72) のサイズは非常に小さいので、1 つの対物レンズ (16) 内に幾つかの検出器 (72) を配置して多重信号を集めることを可能とし、(例えば、角度的に又は軸方向で分解された検出のため) 電子分布に関する複合的な情報が得られる。モンタージュイメージング技術を用いたサンプル (13) のユニークイメージング斜視図、低倍率図、及びマクロイメージングのために、カラム (2) 又はサンプルチャンバ (3) 内の複数の箇所に、複数の検出器 (72) を配置することも可能である。

#### 【0090】

B S E D は、通常、既に説明した最終レンズの極片の下に取り付けられる。その一方で、エネルギー分散型 X 線 (E D X) 検出器は、サンプル表面に対して典型的には 35 ~ 45 度の角度で、側部からサンプルに向いており、このサンプル表面は、電子ビームの通常の垂直入射がなされる場合には水平にされる。現在使用されている E D X 検出器の最も一般的なタイプは、S D D (シリコンドリフト検出器) と呼ばれているが、リチウム拡散型シリコンドリフト検出器も同様に用いられる。E D X 検出器と B S E D の両方は、ラインオブサイト検出器であり、従って、各々は、サンプルの異なった図を有する。X 線は、表面形状によって陰影をつけられる一方で、上方からサンプルを見る B S E 検出器は、遮られていない眺めを有する。2 つの画像を合わせる又は関連づけるために従来装置が用いられた場合には、形状－化学構造 (feature-chemistry) の関係の誤解又は混同による不一致が頻繁に生じる。この効果は、図 22 A と図 22 B で図解されており、上側の図面が上部から見た典型的な 400 メッシュ E M ニッケルグリッド (75) の平面図を示し、下側には、グリッド (75) が 35 度 (図にて下側に示される傾斜角) 傾けられた場合の同じ位置からの眺めを示す。E D X 検出器で提供されるニッケルの基本的な画像は、例えば図 22 B のグリッド (75) のような圧縮された眺め (compressed view) を有する一方で、後方散乱電子検出器は、図 22 A に示された正しい眺め (correct view) を有するであろう。

#### 【0091】

視野方向 (line-of-sight) の違いに基づく B S E 画像と X 線画像の乏しい相関は、本発明のさらにもう 1 つの実施例において対処される。シンチレータ－S i P M 連結対ベースの電子検出器は、図 1 の E D X 検出器 (38) と一体化されるか、又は同じ軸の近くにあ

ってよい。図23A及び図23Bは、参照番号(75)を付した、このような複合EDX-BSEDシステムの1つの実施態様を示す。電子検出器(18'')は、図15に示されている1つと類似しているが、2つのシンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)のみを有しており、システム(75)の電子トラップハウジング(77)の外側上面(76)に取り付けられる。システム(75)はまた、図示された非限定的な実施の形態ではシリコンドリフト検出器(SDD)であるX線センサ(78)と、電子トラップ・ハウジング(77)の入口側端部に配置された電子偏向装置(79)(例えば、大抵の場合で電子トラップと呼ばれる典型的な磁気偏向装置)とを含んでいる。この種の偏向装置は、X線スペクトルに激しい又は均一で圧倒的なバックグラウンドを生じるであろう電子がX線センサ(78)に達するのを防止するために、システム(75)の一体的な部分として必ず含まれる。

#### 【0092】

図24A及び図24Bは、2つのコンピュータ描画画像である。図24Aの画像は、図23A及び図23Bに示した電子トラップに取り付けられたシンチレータ-SiPM連結対ベースの電子検出器を有するSEMを用いて撮られたサンプル表面である。これに対して、図24Bの画像は、環状型フォトダイオード検出器を用いて撮られている(組成モードにおいて、全領域を用いている)。図24Aの画像の陰影の作用は明らかであって、その画像は、右上隅から眺めて収集されたことを示している。2つの画像の上側中央の「トラックのセット(set of tracks)」を、画像間の重合せ(registration)のために使うことができる。

図24C及び図24Dは、視野方向の表面形状上の特徴によって生じた、ラインオブサイト検出器が受けたシールド効果を示す2つのコンピュータ描画画像である。このケースでは、1片のカーボンテープが、アルミニウムスタブの表面に配置されており、次に、1片の銅テープが、カラム上に配置されている。試料表面(水平である)に対する35度の仰角で、側部から全サンプルが見られる。極片に取り付けられたBSEDの画像が、図24Cであり、実際のAl-CとC-Cuの界面を示している。しかしながら、EDX検出器は、テープの高さが生じる陰影の効果を見て、上記の電子トラップ搭載BSEDから撮られた図24Dとよりの確に相関するだろう。

#### 【0093】

図25は、この実施例に従ったX線検出器(80)(即ち、複合EDX-BSEDシステム)の他の例示的な実施態様の概要図である。X線検出器(80)は、X線センサ(84)を収納するハウジング、即ち「エンドキャップ」(82)を含んでいる。X線センサ(84)は、図示された非限定的な実施例では、TECによって通常-20℃に冷却されるシリコンドリフト検出器(SDD)である(しかしながら、動作範囲は、略-10℃から-65℃まで可能である)。X線検出器(80)はまた、入口側端部(88)に設けられた開口部(89)に近接して、ハウジング(82)の入口側端部(88)に配置される電子偏向デバイス(86)(例えば、電子トラップと呼ばれる典型的な磁気偏向装置)を含んでいる。電子偏向デバイス(86)は、一方のセグメントのN極(ハウジング(82)の長手方向の軸の一方の側に配置される)が、他方のセグメントのS極(ハウジング(82)の長手方向の軸の他方の側に配置される)に向くように構成され、磁界は磁石の厚さを通る。この種の偏向装置は、X線スペクトルに激しい又は均一で圧倒的なバックグラウンドを生じるであろう電子がX線センサ(84)に達するのを防止するために、X線検出器(80)の一体的な部分として必ず含まれる。

#### 【0094】

加えて、X線検出器(80)は、(SiPMベースの検出器(72)と似た)1又は複数のSiPMベースの検出器(90)も含んでいる。各々は、本明細書に記載されているシンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)を含んでおり、ハウジング(82)内に設けられている。図25は、ハウジング(82)内のSiPMベースの検出器(90)の可能なある配置及び構成を示している。図25の実施例では、SiPMベースの検出器(90-1)は、電子偏向装置(86)の第1セグメントの端部に近接して、ハウジング(82)の長手方向の軸の一方の側に配置される。動作中、電子は、ハウジング(82)の長手方向の軸から離れる第1方向に偏向し、検出器(90-1)のシンチレータ-SiPM連結対アセンブリ(24)に入る。検出器(90-1)の構成

はまた、そのPMT対照物とは異なり、SiPMが磁場に影響を受けない特性を利用する。

#### 【0095】

X線検出器(80')として図26に示される別の実施例では、SiPMベースの検出器(90-2)は、環状X線センサ(84)(例えば環状SDD)の中心に、又は中心に近接して取り付けられてよい。ある特定の実施例では、SiPMベースの検出器(90-2)は、その収集面がSDD型X線センサ(84)の表面と平行になるように配置でき、それは、SDDチップの周囲に取り付けられることができよう(図27)。このケースでは、偏向磁場は、選択的に、かつ、遠隔で機械的、電氣的又は電気機械的手段を用いて、オン(アクティブ)とオフ(インアクティブ)に切り替えられるように構成され、オフ位置では、電子の伝送がBSE画像を作成し、オン位置では、(X線収集の通常動作モードにおけるように)電子が偏向させられる。

#### 【0096】

さらに別の代替的な実施例では、X線検出器(80'')として図27に示されるように、1又は複数の検出器(90)(例えば、検出器(90-3)と(90-4))は、環状又は非環状X線センサ(84)の周囲に配置されてよい。電子は、適切なメカニズムによって、X線センサ(84)から離れて、検出器(90-3)と検出器(90-4)に向かうように偏向させられる。これらの実施形態では、X線センサ(84)に用いられる冷却及び放熱は、検出器(90-2)、検出器(90-3)及び検出器(90-4)を冷却するのにも役立てることができる。その結果、検出器(90-2)、検出器(90-3)及び検出器(90-4)のSiPM(28)の暗電流は、X線センサ(84)を冷却するためにX線検出器(80'')に組み込まれている同じ冷却アセンブリを用いて、その動作温度を低下させることで減少できる。更に、X線検出器(80''')として図28に示された、さらに別の実施の形態においては、本明細書の他の箇所で説明された検出器(18)は、検出器(18)の開口部(50)が開口(89)に揃うように、電子偏向装置(86)の前方にて、ハウジング(82)の縦方向の軸に沿って配置される。その結果、X線は、検出器(18)を通過して、X線センサ(84)に達することができる。さらに、多数の電子が、検出器(18)のシンチレーターSiPM連結対アセンブリ(24)に入射して、そこで検出される。シンチレーターSiPM連結対アセンブリ(24)に入射せず、開口(50)を通過する如何なる電子も、電子偏向装置(86)によって偏向されて、X線センサ(84)に達しない。説明されている全ての実施例では、検出器(90)へと集束又は偏向された電子は、X線検出器(38)の的確な視野方向を有する画像を提供できる。図28の更なる代替的な実施形態においては、バイアス電圧が、検出器(18)(例えば、シンチレーターSiPM連結対アセンブリ(24)のSiPM(21))に印加されて、検出器(18)へと低エネルギー電子が引きつけられ／曲げられるので、検出器(18)は、視野方向の電子を超えて、更に検出することが可能である。

#### 【0097】

図29は、リアルタイムな立体イメージングを提供する他の例示的な実施例によるSEM(100)の概要図である。SEM(100)は、本明細書の他の箇所で説明されているSEM(1)(図1)と同様な複数の構成要素を含んでいる。同様の構成要素には、同じ参照番号が付されている。図29に示すように、SEM(100)も、(SiPMベースの検出器(72)と同様な)2つのシンチレーターSiPM連結対検出器(102-1)(102-2)を含んでおり、各々は、本明細書に記載されているシンチレーターSiPM連結対アセンブリ(24)を含んでいる。連結対検出器(102-1)(102-2)は、電子ビーム(8)の両側にてカラム(2)内に設けられている。例示の実施形態では、連結対検出器(102-1)(102-2)は、本明細書で説明されている何れかの取付方式を用いて、サンプルチャンバ(3)又はカラム(2)内のサンプル上に配置される。各ケースでは、信号は、本明細書の他の箇所に説明されているように、配線及びフィードスルーを用いて、連結対検出器(102-1)(102-2)からカラム(2)の外側に引き出される。連結対検出器(102-1)(102-2)が用いられて、後方散乱から2つの角度オフセット画像信号が生成されて、これらの画像信号は、TVレートで流れて、3D TVの形態でモニタ上に交互に表示される。(液晶シャッター眼鏡として知られている)アクティブシャッターグラス(104)を使用しているので、試料(22)が横断される際に、3D特性を有するリ

アルタイム画像が、オペレータによって見られる。

【0098】

S i P Mは、電子に影響されるが、伝統的には、シンチレータ(例えば、シンチレータ(26))で放射される光子の検出に最適化されてきた。これは、昔から、S i P Mの表面層は、450～600ナノメートルの範囲の波長を有する光の伝送に最適化されてきたからである。光伝送のために最適化されたこれらの層は、電子を吸収して、S i P Mのアクティブ面に衝突させない。本発明の他の実施例では、本明細書で説明されているマルチピクセル構造を有するが、ダイレクトな電子検出に適している改良されたS i P Mデバイスを生産するために、プロセス技術が変更されて、電子の表層吸収が小さくされる。更に具体的には、S i P M処理中に通常含まれる反射防止層(例えば、図4の反射防止被膜層(32))を作製する技術工程が取り除かれて、S i P M上の不活性化層(例えば、図4のS i O<sub>2</sub>層(35))は、100ナノメートル又はそれ未満のオーダーで、非常に薄く作製される。更に、800～1000ボルトのバイアス電圧が、S Eの収集を助けるためにデバイスに与えられてよい。これは、シンプルフォトダイオードとして知られている従来の半導体電子検出器よりも1桁早いレートで撮像することを可能にする(改良されたS i P Mのピクセル当たり200nSに対して、シンプルフォトダイオードは、ピクセル当たり数μS。シンプルフォトダイオードより遅い撮像レートは、それらの大きなサイズと付随する容量に主として起因しており、S i P MのA P Dは、個々に小さい容量を有しており、したがって非常に高い撮像レートを可能にする)。シンプルフォトダイオードは、要求の少ない用途においてダイレクト電子検出に用いられてきたが、それらの出力信号は、現代のS E Mにおいて用いられる高速走査速度と合わせるには、あまりに遅い。故に、上述のように変更されたS i P M装置は、シンチレータを用いた電子検出よりはむしろダイレクト電子検出用に、本明細書で説明されている任意の実施例のシンチレータ-S i P M連結対アセンブリ(24)の代わりに用いられることが可能である。

【0099】

便宜のために、本発明は、S E M(1)に関連して説明されているが、そのことは、限定を意味するものではなく、発明は、全てのタイプのE M(例えば、透過型電子顕微鏡(T E M))や、その他の荷電粒子線デバイス/装置で適用可能であることを理解すべきである。その他の荷電粒子線デバイス/装置には、本明細書の他の箇所で記載されているような、電子ビームと組み合わせて集束イオンビーム使用できる他のデュアルビーム装置があるが、これに限定されない。

【0100】

請求項の記載において、括弧の間に配置されるいかなる引用符号も、請求項を制限すると解釈すべきではない。「備える」又は「含む」という語は、請求項に挙げられた構成要素及びステップ以外の構成要素又はステップを除外するものではない。幾つかの手段を列挙する装置の請求項において、これらの手段の幾つかは、ハードウェアと全く同一のアイテムにより実施されてよい。構成要素の前の「a」又は「an」という語は、構成要素が複数存在することを除外しない。幾つかの手段を列挙している何れの装置の請求項においても、これらの手段の幾つかは、ハードウェアと全く同一のアイテムにより実施できる。特定の構成要素が、相互に異なる従属項において引用されているという単なる事実は、これらの構成要素を組み合わせて用いることができないということを意味しない。

【0101】

本発明は、現在、最も現実的で好ましい実施例と考えられるものに基づいて、説明のために詳細に記載されているが、それらの詳細は、単にそれらの説明のためだけであり、発明は開示された実施例に限定されるものではなく、添付請求の範囲の精神と範囲内での変更及び均等な変更を包含することを目的としていることを理解すべきである。例えば、本発明は、可能な限り、任意の実施例の1又は複数の特徴は、他の任意の実施例の1又は複数の特徴とを組み合わせることができることが理解されるべきである。