



(21) 申请号 201910610201.6  
(22) 申请日 2019.07.08  
(65) 同一申请的已公布的文献号  
    申请公布号 CN 110690093 A  
(43) 申请公布日 2020.01.14  
(30) 优先权数据  
    18182145.5 2018.07.06 EP  
(73) 专利权人 FEI 公司  
    地址 美国俄勒冈州  
(72) 发明人 A. 汉斯特拉 P. 唐娜  
(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司  
    72001  
    专利代理师 李婷 陈浩然

(51) Int.Cl.  
    H01J 37/10 (2006.01)  
    H01J 37/147 (2006.01)  
    H01J 37/153 (2006.01)  
    H01J 37/20 (2006.01)  
    H01J 37/22 (2006.01)  
    H01J 37/244 (2006.01)  
    H01J 37/26 (2006.01)  
(56) 对比文件  
    CN 107123584 A, 2017.09.01  
    US 4864228 A, 1989.09.05  
    DE 102008035297 A1, 2009.02.05  
    审查员 石海霞

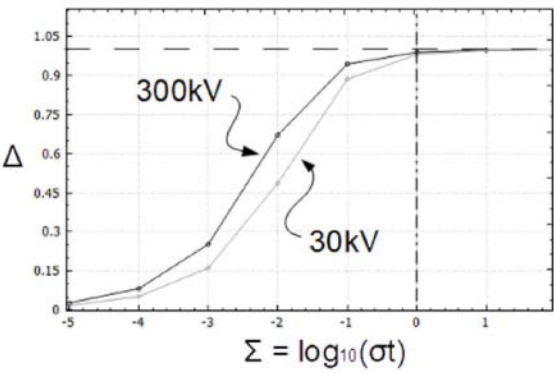
权利要求书2页 说明书11页 附图3页

(54) 发明名称

具有改进的成像分辨率的电子显微镜

(57) 摘要

一种电子显微镜,其包括:-样本固持器,所述样本固持器用于固持样本;-源,所述源用于产生电子射束;-照明系统,所述照明系统用于引导所述射束以照射所述样本;-细长射束导管,所述射束被引导通过所述细长射束导管;-检测器,所述检测器用于检测响应于所述照射从所述样本发出的辐射,其中所述射束导管的至少纵向部分具有复合结构,所述复合结构包括:-由电绝缘材料构成的外管;-由导电材料构成的内表层。在替代性但相关的结构中,所述射束导管的至少纵向部分包含包括混合电绝缘材料和导电材料的聚集复合材料。



1. 一种电子显微镜,其包括:  
样本固持器,所述样本固持器用于固持样本;  
源,所述源用于产生电子射束;  
照明系统,所述照明系统用于引导所述射束以照射所述样本;  
细长射束导管,所述射束被引导通过所述细长射束导管;  
多极透镜组合件,所述多极透镜组合件被配置为像差校正器;  
检测器,所述检测器用于检测响应于所述照射从所述样本发出的辐射,  
其特征在于,所述射束导管的至少纵向部分至少延伸通过所述像差校正器,并且具有复合结构,所述复合结构包括:  
由电绝缘材料构成的外管;  
由导电材料构成的内表层,所述导电材料的内表层具有导电率 $\sigma$ 和厚度 $t$ ,其中 $\sigma t < 0.1 \Omega^{-1}$ 。
2. 根据权利要求1所述的显微镜,其中所述外管包括选自包括以下的组的至少一种材料:陶瓷、玻璃质材料、石英和其组合。
3. 根据权利要求1或2所述的显微镜,其中所述内表层包括选自包括以下的组的至少一种材料:氧化钽、硝酸钛和其组合。
4. 根据权利要求1或2所述的显微镜,其中对于所述导电材料, $\sigma t < 0.01 \Omega^{-1}$ 。
5. 根据权利要求1或2所述的显微镜,其额外包括:  
成像系统,所述成像系统用于将通过所述样本传输的电子引导到所述检测器上,  
由此,所述射束导管延伸通过所述成像系统。
6. 根据权利要求1或2所述的显微镜,其中所述纵向部分至少在所述样本固持器与所述像差校正器之间延伸。
7. 根据权利要求6所述的显微镜,其中所述像差校正器被配置成校正球面像差和色差中的至少一个。
8. 根据权利要求1或2所述的显微镜,其中:  
所述射束导管外部的磁轭被配置成将场线传导到所述射束的直接附近;  
所述射束导管穿过所述轭中的孔;  
所述孔的内径大于所述射束导管的外径,从而在所述孔和所述射束导管之间产生间隙。
9. 一种电子显微镜,其包括:  
样本固持器,所述样本固持器用于固持样本;  
源,所述源用于产生电子射束;  
照明系统,所述照明系统用于引导所述射束以照射所述样本;  
细长射束导管,所述射束被引导通过所述细长射束导管;  
多极透镜组合件,所述多极透镜组合件被配置为像差校正器;  
检测器,所述检测器用于检测响应于所述照射从所述样本发出的辐射,  
其特征在于,所述射束导管的至少纵向部分至少延伸通过所述像差校正器,并且包含聚集复合材料,所述聚集复合材料包括  
混合电绝缘材料和导电材料;

其中所述射束导管具有导电率 $\sigma$ 和壁厚 $t_w$ ,其中 $\sigma t_w < 0.1 \Omega^{-1}$ 。

10. 根据权利要求9所述的显微镜,其中所述电绝缘材料为陶瓷材料。

11. 根据权利要求9或10所述的显微镜,其中所述导电材料选自包括以下的组:石墨、氮化钛和其混合物。

12. 根据权利要求9或10所述的显微镜,其中对于所述导电材料, $\sigma t < 0.01 \Omega^{-1}$ 。

13. 根据权利要求9或10所述的显微镜,其额外包括:

成像系统,所述成像系统用于将通过所述样本传输的电子引导到所述检测器上,由此,所述射束导管延伸通过所述成像系统。

14. 根据权利要求9或10所述的显微镜,其中所述纵向部分至少在所述样本固持器与所述像差校正器之间延伸。

15. 根据权利要求14所述的显微镜,其中所述像差校正器被配置成校正球面像差和色差中的至少一个。

16. 根据权利要求9或10所述的显微镜,其中:

所述射束导管外部的磁轭被配置成将场线传导到所述射束的直接附近;

所述射束导管穿过所述轭中的孔;

所述孔的内径大于所述射束导管的外径,从而在所述孔和所述射束导管之间产生间隙。

17. 一种使用根据权利要求1至16中任一项所述的电子显微镜的方法,其特征在于引导所述射束通过所述细长射束导管。

## 具有改进的成像分辨率的电子显微镜

### 技术领域

- [0001] 本发明涉及一种电子显微镜,其包括:
- [0002] -样本固持器,所述样本固持器用于固持样本;
- [0003] -源,所述源用于产生电子射束;
- [0004] -照明系统,所述照明系统用于引导所述射束以照射所述样本;
- [0005] -细长射束导管,所述射束被引导通过所述细长射束导管;
- [0006] -多极透镜组合件,所述多极透镜组合件被配置为像差校正器;
- [0007] -检测器,所述检测器用于检测响应于所述照射,从所述样本发出的辐射。
- [0008] 本发明还涉及使用这种电子显微镜的方法。

### 背景技术

[0009] 电子显微镜是一种众所周知且日益重要的用于对微观物体进行成像的技术。从历史上看,电子显微镜的基本属已经演变成许多公知的设备物种,如透射电子显微镜(TEM)、扫描电子显微镜(SEM)和扫描透射电子显微镜(STEM)以及各种亚种,如所谓的“双射束”设备(例如FIB-SEM),其额外采用“加工”聚焦离子射束(FIB),允许支持活动,如例如离子射束研磨或离子射束诱导沉积(IBID)。更具体地说:

[0010] -在SEM中,通过扫描电子射束照射样本,例如以二次电子、背散射电子、X射线和阴极发光(红外、可见光和/或紫外光子)的形式加速“辅助”辐射从样本的放射;然后检测此放射辐射的一个或多个组分,并且用于图像累积目的。

[0011] -在TEM中,用于照射样本的电子射束被选择为具有足够高的能量以穿透样本(为此,所述样本通常将比SEM样本的情况下更薄);然后,可以使用从样本放射的透射电子来创建图像。当这种TEM以扫描模式操作(因此成为STEM)时,图像将在照射电子射束的扫描运动期间累积。

[0012] -SEM也可以用于“透射模式”,例如,当使用相对薄的样本和相对高的入射射束能量时。这种工具通常称为“TSEM”(透射SEM),并且其通常具有安置在样本与样本后检测器之间的相对基本的成像系统(例如,单个透镜和偏转器)。

[0013] 应当注意,除了成像和执行(局部)表面修饰(例如铣削、蚀刻、沉积等)之外,电子显微镜还可以具有其它功能,如执行光谱分析、检查衍射图样等。

[0014] 在所有情况下,电子显微镜(EM)将至少包括以下部件:

[0015] -电子源,如例如W或LaB<sub>6</sub>源、肖特基枪或冷场发射枪(CFEG)。

[0016] -照明系统/照明器,其用于操纵来自源的“原始”辐射射束,并且在其上执行某些操作,如聚焦、像差减轻、裁剪(使用光圈)、过滤等。其通常包括一个或更多(带电粒子)透镜,并且还可以包括其它类型的(粒子)光学部件。如果需要,照明器可以设置有偏转器系统,所述偏转器系统可以被调用以使其出射射束跨被研究的样本执行扫描运动。

[0017] -样本固持器-通常连接到定位系统-被研究的样本可以在其上保持和定位(例如,移位、倾斜、旋转)。如果需要,这个固持器可以移动,以便实现样本相对于射束的扫描运动。

当设计用于保持低温样本时,样本固持器可以包括用于将所述样本维持在低温温度下的装置,例如,使用适当连接的冷冻剂桶。

[0018] -检测器(用于检测从被照射的样本发出的辐射),其本质上可以是单一的或复合的/分布的,并且其可以采取许多不同的形式,这取决于被检测到的辐射。实例包含光电二极管、CMOS检测器、CCD检测器、光伏电池、X射线检测器(如硅漂移检测器和Si(Li)检测器)等。通常,EM可以包括几种不同类型的检测器,其选择可以在不同情况下被调用。

[0019] 在透射型显微镜(如(S)TEM或TSEM)的情况下,EM将额外包括:

[0020] -成像系统,其本质上吸收通过样本(平面)传输的电子并且将他们引导(聚焦)到分析设备上,如检测器、成像装置、光谱设备(例如EELS装置:EELS=电子能量损失谱)等。与上面提到的照明器一样,成像系统还可以执行其它功能,如像差减轻、裁剪、过滤等,并且其通常包括一个或多个带电粒子透镜和/或其它类型的粒子光学部件。

[0021] 在其通过显微镜的轨迹的重要部分上,射束将通过细长(圆柱形)射束导管传播,这产生了靠近(照明器和若存在的成像系统的)光轴的相对小体积的真空罩。

[0022] 虽然各种技术领域不断希望进一步提高可以用EM获得的成像分辨率,但这项任务远非微不足道。最先进的EM已经采用像差校正器(通常包括多极(例如,四极、六极和/或八极)透镜元件的组)以减轻成像像差,如像散、色差和球面像差,这些可以显著加剧图像退化。然而,尽管有如此精细的措施,但EM成像质量仍然通常受到各种物理效应的不利影响,包含例如高阶像差、库仑相互作用、真空水平波动和杂散场。最近发现的一个这种障碍是由于沿着射束路径的“寄生”热磁场噪声引起的电子射束干扰,如S.Uhlemann等人在2013年7月26日的《物理评论快报(Physical Review Letters)[PRL]111》,pp.046101-046105(美国物理学会)中所述,其中作者演示了在TEM中观察到的磁场噪声的热力学特性,并且采取措施将“仪器的导电部分”冷却到低温温度(例如约77k),以试图减少这种现象。由于现象的大小随温度而变化,因此暗示需要冷却至液氦温度,以实现这些噪声效应的最终最小化。

## 发明内容

[0023] 本发明的目的是以替代性方式解决这些问题。更具体地说,本发明的目的是提供一种EM设计,其中可以在不必依赖于上述复杂的冷却措施的情况下,解决这种磁场噪声效应。

[0024] 在第一种方法中,这些和其它目的是在如上面开头段落中所述的电子显微镜中实现的,其特征在于,所述射束导管的至少纵向部分至少延伸通过所述像差校正器,并且具有复合结构,所述复合结构包括:

[0025] -由电绝缘材料构成的外管;

[0026] -由导电材料构成的内表层,所述由导电材料构成的内表层具有导电率 $\sigma$ 和厚度 $t$ ,其中 $\sigma t < 0.1 \Omega^{-1}$ 。

[0027] 本发明人认为需要对EM的“导电部分”(如磁透镜中的铁芯/铁轭、射束导管等)进行低温冷却的解决方案非常麻烦。EM的粒子光柱已经是一个紧凑的空间,在这个空间中,相对庞大、超高精度的子部件被定位成在紧密度公差内彼此接近,几乎没有多余的空间。在这样的装置中,为将显微镜的大部分冷却到低温温度所需的相对笨重的冷却元件/线圈/供应管线留出额外的空间将是一项繁重的任务。因此,本发明采用完全不同的方法。实现上述寄

生磁场很大程度上是由于射束导管壁中的Johnson-Nyquist电流,所述射束导管壁传统上由金属(例如不锈钢或钛)管组成-本发明人决定用电绝缘管,例如,包括如氧化锆( $ZrO_2$ )或氧化铝( $Al_2O_3$ )等的耐用陶瓷取代传统的射束导管设计。为了防止这种管的空间充电,其内表面被由导电材料构成的(接地)表层覆盖,如金属薄膜-它应该相对薄/有电阻,因此它本身不会成为寄生电流重要的港湾/源。这样的结构似乎被上述PRL期刊文章取消资格,所述文章认为,通过降低导电率和金属壁厚度,噪声频谱可能会从较低频率稍微偏移 to 较高频率,但是总噪声功率基本保持不变,对图像扩散产生可忽略的/边际的净效应。然而,本发明人已经表明此论证存在缺陷:如果上述光谱偏移足够大,然后峰值光谱功率可以转移到其中Johnson-Nyquist场不再显著影响电子射束的频域。更具体地说,高于本发明的射束导管的微波截止频率的频率不会实质性地导致图像扩散/模糊。

[0028] 在上述讨论的基础上,本领域技术人员将理解,本发明的复合射束导管的内表层应该(同时):

[0029] -足够厚/具有足够的导电性,以有效去除空间电荷(引起的表面电荷,例如由(虚假的)电子撞击引起的);

[0030] -足够薄/具有足够的电阻性,以避免成为寄生电流本身的重要港湾。

[0031] 在这方面,表层导(电)率 $\sigma$ 和表层厚度 $t$ 的产物 $\sigma t$ 可以起到指示性的作用,并且对相对较小的 $\sigma t$ 值有普遍的偏好。例如,并且提供一些指导,在300kV下操作的(S)TEM中,本发明人已经发现值 $\sigma t < 0.1 \Omega^{-1}$ 产生满意的结果, $\sigma t < 0.01 \Omega^{-1}$ 获得的结果更好,并且 $\sigma t < 0.001 \Omega^{-1}$ 进一步改进。 $\sigma t$ 的给定值可以通过分别选择各种不同的(但互补的) $\sigma$ 和 $t$ 值来实现;然而,在实践中,技术人员将理解需要考虑一些实际约束。例如:

[0032] -相对低的 $t$ 值(例如,小于几nm)可能引入制造复杂性,例如,关于沉积技术、非连续性(岛形成)的选择等。

[0033] -相对高的 $t$ 值(例如,大于约100 $\mu m$ 阶)可能严重缩减可以实现适当的 $\sigma$ 值的候选材料的列表。

[0034] 为了提供一些指导,本发明人使用在约5-20 $\mu m$ 的范围内的 $t$ ,对应于可以使用各种相对常见的导电材料实现的 $\sigma$ 值,已经获得了良好的结果。为了良好的顺序,应当指出的是:

[0035] - $\sigma = 1/\rho$ ,其中 $\rho$ 是电阻率;

[0036] - $\sigma t = 1/R_s$ ,其中 $R_s$ 是表层的薄层电阻,其中 $R_s = \rho/t$ 。

[0037] 关于用于本发明的复合射束导管的合适材料,给出以下非限制性实例用于指导目的:

[0038] -外管可以例如包括选自包括以下的组的至少一种材料:陶瓷、玻璃质材料、石英和其组合。术语“陶瓷”包含工程陶瓷,如上述氧化锆( $ZrO_2$ )和氧化铝( $Al_2O_3$ )。这种材料通常是耐用的,耐温的(并且因此能够承受真空烘烤),没有关于除气行为的问题,并且相对容易制成管状(例如使用铸造)。为了良好的顺序,应指出,在传统的EM中,射束导管通常具有约6-8mm的内径,但此值范围不是限制性的。

[0039] -内表层包括选自包括以下的组的至少一种材料:氧化钨、硝酸钛和其组合。这些材料具有方便的 $\sigma$ 值,并且可以使用如例如PE-CVD(等离子体增强化学气相沉积)、PE-ALD(等离子体增强原子层沉积)以及PVD(物理层沉积)等方法相对容易地沉积在外管的内表面上。此组不是限制性的:原则上,如W、Ti或Pt(或其组合)等金属也可以用于内表层中,这尤

其取决于所选择的表层厚度 $t$ 。

[0040] 为了良好的顺序,应该注意,如在本发明的上下文中提到的,术语“电绝缘材料”还可以包含传统上可以被认为是半导体的材料。例如,SiC是一种传统上标记为半导体的陶瓷材料;然而,其电阻率约为 $10^6 \Omega \text{cm}$ ——这使得其导电性比铝低约 $10^{16}$ 倍,铝的电阻率约为 $10^{-10} \Omega \text{cm}$ 。相比之下,石英、氧化铝和氧化锆的电阻率分别约为 $10^{16} \Omega \text{cm}$ 、 $10^{14} \Omega \text{cm}$ 和 $10^9 \Omega \text{cm}$ 。技术人员将理解,电绝缘体是(基本上)不含(传导)电子的自由传输的材料,通常是由于在这种材料中存在相对大的带隙。

[0041] 在替代性解决方案中,如本文所定义的电子显微镜的特征在于,所述射束导管的至少纵向部分至少延伸通过所述像差校正器,并且包含聚集复合材料,所述聚集复合材料包括:

[0042] -混合电绝缘材料和导电材料;

[0043] -其中所述射束导管具有导电率 $\sigma$ 和壁厚 $t_w$ ,其中 $\sigma t_w < 0.1 \Omega^{-1}$ 。

[0044] 在这个第二相关方法中,所述射束导管包含包括混合电绝缘材料和导电材料的聚集复合材料。这种方法建立在与上述相似的见解的基础上,但它使用射束导管结构,其中上述单独的电绝缘外管和电绝缘内表层的“层压结构”有效地“变形”为单个“整体”聚合复合结构。此变形结构的导电率介于常规导电材料与绝缘材料的导电率之间,并且在功能上可以称为“高体积电阻率”材料。同时:

[0045] -绝缘足以减轻导管壁中寄生的Johnson-Nyquist电流的模糊效应;但是:

[0046] -导电性足以去除容易积聚在其内表面上的空间电荷。

[0047] 如果考虑:

[0048] -上述层压结构中的外管具有壁厚 $t_t$ ,以及;

[0049] -当前聚合结构中的射束导管具有壁厚 $t_w$ ,

[0050] 然后,一种欣赏这种变形结构的特性的方法是将其视为上述层压结构的“演变”,其中:

[0051] - $t_t$ 减小到0;

[0052] - $t$ 增加到 $t_w$ ,使之前的“表层”成为自支撑壁;

[0053] - $\sigma$ 同时/相应减小。

[0054] 在此类比中,对于产物 $\sigma t$ 的给定值(见上文和下文的讨论),可以看出的是:

[0055] -如果 $t$ 以大约 $10^2$ 的因数增加(到 $t_w$ ) (例如,从大约10微米到大约1mm),那么;

[0056] - $\sigma$ 将需要相应地减少大约 $10^2$ 的相同因数,它将 $\sigma$ 降低到可以认为是常规导体与绝缘体之间的中间水平。

[0057] 关于前一段所述的聚合复合结构的构成,组成材料的合适实例包含:

[0058] -电绝缘材料:陶瓷,如例如SiC和/或ZrO。

[0059] -导电材料:石墨和/或氮化钛,例如。

[0060] 实现这种复合材料的一种方法是将导电材料(例如,以颗粒或纤维的形式)混合在绝缘材料的基质中(例如,以生陶瓷材料的形式);替代性地,可以从导电材料开始,并且通过在其中混合绝缘材料来使其导电性“回火”。例如,添加剂可以使用如扩散或离子注入等方法,或通过颗粒的物理混合,包含在接收性块状材料中。本领域技术人员将能够确定待混合的不同材料的相对量,以获得具有给定体积电阻率的聚集复合材料,和/或他可以购买预

制产品。例如,这里提到的聚集复合材料可从公司商购,如美国德克萨斯州迪凯特的Poco Graphite, Inc.。它们有时被称为“ESD”材料,因为它们适合于减轻静电放电问题。有时用于这种材料的其它术语包含“电陶瓷”和“粒状金属”。例如,期刊文章“粒状电子系统(Granular electronic systems)”中讨论了如这种材料,所述文章由I.S.Beloborodov等人,《现代物理评论(Rev.Mod.Phys.)》79.pp.469(四月,2007):

[0061] <https://journals.aps.org/rmp/abstract/10.1103/RevModPhys.79.469>

[0062] 上面提出的本发明的复合射束管结构(在任一种方法中)不一定必须在显微镜中的(主)射束路径的整个长度上使用(尽管这种全长展开当然是可能的)。在实践中,发明人已经发现:

[0063] -在射束导管中的给定位置处的感应图像扩散(由于磁场噪声)趋向于与所述位置处的轴向射束直径成比例,并且因此;

[0064] -射束路径的一些部分比其它部分更容易受到磁场噪声的影响,并且在这些部分中,本发明是最有用的。

[0065] 如本文所定义:

[0066] -显微镜包括被配置为像差校正器的多极透镜组合件;

[0067] -本发明的复合射束导管至少延伸通过此像差校正器。

[0068] 这里提到的像差校正器的实例包含球面像差(Cs)校正器、色差(Cc)校正器和组合球面色(Cs-Cc)校正器,其可以在SEM和/或TEM中使用。例如:

[0069] -在SEM或STEM中,Cs校正器可以包含在照明系统中(在样本之前)。这种Cs校正器通常具有大约15cm的长度(沿着射束路径)。

[0070] -在TEM中,组合的Cs-Cc校正器可以包含在成像系统中,所述系统定位在样本的下游,并且用于将通过样本传输的电子引导到(成像、衍射图和/或光谱)检测器上。这种Cs-Cc校正器通常具有大约45cm的长度(沿着射束路径),但也有Cs-Cc校正器,长度大约是这个长度的两倍,例如。

[0071] 例如,可以从以下参考文献中收集有关Cs和Cc校正器的更多信息:

[0072] -美国专利US 5,084,622;

[0073] -H.Rose和W.Wan,“电子显微镜中的像差校正(Aberration correction in electron microscopy)”,《IEEE 2005年粒子加速器会议论文集(IEEE Proceedings of 2005 Particle Accelerator Conference)》,美国,田纳西州,诺克斯维尔,pp.44-48(2005)。

[0074] 当采用如上所述的像差校正器时,其中可以利用本发明的射束路径的另一个相对敏感部分是在样本平面(样本固持器)与像差校正器之间延伸的轨迹。这意味着其中一个或两个:

[0075] -从校正器到样本平面(样本平面上游)的轨迹,例如在STEM中;

[0076] -从样本平面到校正器(样本平面下游)的轨迹,例如,在TEM中。

[0077] 此外,将本发明应用于定位在静电偏转模块中/附近的射束路径的部分可能是有利的。本领域技术人员将能够决定射束路径的哪些部分(最)值得应用本发明的复合射束导管,并且可以决定沿着(基本上)整个主射束路径部署它。后一种方案的优点尤其在于,它避免了在两种不同类型的射束导管之间建立接头-记住,整个射束导管在显微镜操作期间必



须可靠地保持高真空(至少)。

[0078] 使用本发明,可以获得优良的STEM图像分辨率值,例如,在300kV的射束电压下为30pm,以及在60kV的射束电压下为60pm,在两种情况下,射束半开角为50mrad,并且不必使用上述PRL期刊文章中所述的繁琐的低温冷却。对于传统的不锈钢射束导管,本发明通常允许由Johnson-Nyquist噪声引起的图像扩散减少约10-15的因数。

[0079] 对上述本发明的措施进行补充,可以采取额外的措施来进一步减少Johnson-Nyquist噪声的有害成像效应,而不必采用前述PRL期刊文章中描述的低温冷却。一个这种措施是在用于将场线传导到射束的直接附近中的一个或多个磁(例如铁)轭中加宽孔。名义上,这种孔拥抱/接触射束导管的外表面,以便尽可能接近射束轴。然而,发明人已经注意到,对于(内)径r的圆柱形孔来说,轭根据1/r依赖性导致Johnson Nyquist模糊;因此,扩大孔将减少这种模糊的影响。以这种方式增加孔尺寸将导致在孔的内表面与射束导管的外表面之间产生空的间隙,但是这种间隙不一定具有显著的(压倒性的)负面方面。

[0080] 为了完整起见,参考以下现有技术文献。

[0081] US 3,787,696 A和DE 30 10 376 A1公开了用于在扫描和/或聚焦线圈中使用的衬管。US 3,634,684 A也使用了用于扫描线圈的衬管。这里,衬管用于对抗源自扫描的高频磁通量的涡流。这些文献没有建议使用这些衬管来对抗多极透镜组合件中的约翰逊噪声作为像差校正器。

[0082] JP H03 22339 A公开了具有导电内表层和电绝缘外管的像差校正器。这里,导电内表层需要向衬管施加所需电压,并且使样本保持接地。

## 附图说明

[0083] 现在将基于示例性实施例和所附示意图(未按比例)更详细地阐述本发明,其中:

[0084] 图1给出了实施本发明的EM(在这种情况下,为(S)TEM)的实施例的纵向横截面立面图。

[0085] 图2A示出了图1的一部分的放大的横向横截面视图。

[0086] 图2B示出了图2A中的实施例的修改版本。

[0087] 图3是在不同的射束电压下,作为本发明的实施例的 $\sigma_t$ (表层导电率 $\times$ 表层厚度) $\log_{10}$ 的函数的相对图像扩散(由于磁场噪声,并与传统的射束导管进行比较)的绘图,如图2A所示。

[0088] 图4示出了图2A/2B中所示的替代性(但相关)实施例的放大横向横截面视图。

[0089] 在各图中,在相关时,对应部分用对应的参考符号表示。

## 具体实施方式

### [0090] 实施例1

[0091] 图1(不按比例)是实施本发明的EM M实施例的高度示意图;更具体地说,它示出了TEM/STEM的实施例(不过,在本发明的上下文中,它可以同样有效地是例如SEM)。在图中,在一般的柜/盖2内,有一个真空罩V,它可以通过示意性描绘的真空泵组合件V'抽空。在此真空罩V内,电子源4产生电子射束B,所述电子射束沿电子光轴B'传播并且横穿照明器系统(电子射束柱)6,用于将电子引导/聚焦到样本S的选定部分上(通常(局部)稀释/平坦化)。

还描绘了偏转器8,其(尤其)可以用于实现射束B的扫描运动。在可能的情况下,真空罩V通常将通过(至少)照明器6“拥抱”轴线B',采用相对窄的细长射束导管B'(例如,直径约0.5cm)的形式,但在必要时加宽以容纳某些结构(如例如以下讨论的物品H、26、30、32以及34)。

[0092] 样本S被固持在样本固持器H上,所述样本固持器可以通过定位装置/平台A以多个自由度定位,所述定位装置/平台A移动固持器H(可移除地)附着的托架A';例如,样本固持器H可以包括可以(尤其)在XY平面中移动的指状物(参见所描绘的笛卡尔坐标系),平行于Z的运动以及围绕X/Y的倾斜通常也是可能的。这种移动允许样本S的不同部分被(在Z方向上)沿着轴线B'行进的电子射束B照明/成像/检查,和/或允许扫描运动作为射束扫描的替代性方案而被执行。如果(通常情况下)样本S是低温样本,然后可以使用(示意性描绘的)温度控制组合件T,将样本固持器H保持在低温温度下;例如,这可以包括导热(例如金属)芯,其热连接到固持器H,并且浸没在冷冻剂浴中,或者例如承载循环冷冻剂的管道系统中。

[0093] 电子射束B将以这种方式与样本S相互作用,使得各种类型的“受激”辐射从样本S发出,包含(例如)二次电子、背散射电子、X射线以及光学辐射(阴极发光)。如果需要,可以名义上借助于分析装置22,检测这些辐射类型中的一种或多种辐射类型,所述分析装置可能是例如组合的闪烁器/光电倍增管或EDX(能量分散X射线光谱仪)模块;在这种情况下,可以使用与SEM中基本相同的原理构建图像。然而,替代性地或补充性地,可以研究横穿(通过)样本S、从其出射/发出,并沿着轴线B'继续传播(大体上,但通常有一些偏转/散射)的电子。这种透射电子通量进入成像系统(投影透镜)24,所述成像系统通常包括各种静电/磁透镜、偏转器、校正器(如补偿器)等。在正常(非扫描)TEM模式下,此成像系统24可以将透射的电子通量聚焦到荧光屏26上,如果需要,所述荧光屏可以缩回/退出(如箭头26'示意性指示),以使其远离轴线B'。成像系统24将在屏幕26上形成(一部分)样本S的图像或衍射图,并且这可以通过定位在罩V/柜2的壁的适当部分中的观察端口28a、28b来查看。屏幕26的缩回机构本质上例如可以是机械的和/或电的,并且此处没有描绘。

[0094] 作为在屏幕26上查看图像/衍射图的替代性方案,可以替代地利用离开成像系统24的电子通量的焦深通常非常大(例如,约1米)的事实。因此,可以在屏幕26的下游使用各种其它类型的分析设备,如:

[0095] -TEM相机30。在相机30处,电子通量可以形成静态图像或衍射图,其可以由控制器/处理器20处理,并且显示在显示装置(未示出)上,如例如,平板显示器上。当不需要时,相机30可以缩回/退出(如箭头30'示意性指示),以使其远离轴线B'。

[0096] -STEM相机32。来自相机32的输出可以被记录为样本S上的射束B的(X,Y)扫描位置的函数,并且可以构建图像,所述图像是作为X,Y的函数的来自相机32的输出的“映射”。相机32可以包括直径为例如20mm的单个像素,与相机30中特征性地存在的像素矩阵相反。此外,相机32通常将具有比相机30(例如,每秒 $10^2$ 个图像)高得多的采集速率(例如,每秒 $10^6$ 个点)再一次,当不需要时,相机32可以缩回/退出(如箭头32'示意性指示),以使其远离轴线B'(尽管在例如环形暗场相机32的情况下,这种缩回不是必需的;在这种相机中,当不使用相机时,中心孔将允许通量通过)。

[0097] -作为使用相机30或32成像的替代性方案,还可以调用光谱设备34,其例如可以是EELS模块。

[0098] 应当注意,物品30、32以及34的顺序/位置不严格,并且可以想到许多可能的变化。例如,光谱设备34也可以集成到成像系统24中。

[0099] 注意,控制器(计算机处理器)20通过控制线(总线)20'连接到各种图示的部件。此控制器20可以提供各种功能,如同步动作、提供设定点、处理信号、执行计算以及在显示装置(未示出)上显示消息/信息。不用说,(示意性地描绘的)控制器20可以(部分地)处于柜2的内部或外部,并且可以根据需要具有单一或复合结构。

[0100] 熟练的技术人员将理解,罩V的内部不必保持严格的真空;例如,在所谓的“环境性TEM/STEM”中,给定气体的背景大气被有意引入/保持在罩V内。

[0101] 显微镜M可以包括一个或多个像差校正器40,其中的每一个包括被配置成减轻球形(Cs)和/或色度(Cc)像差的多极透镜组合件。例如,照明系统6中描绘的校正器40可以是Cs校正器,而成像系统24中的校正器40可以是组合的Cs-Cc校正器(参见上文)。

[0102] 传统上,射束导管B"包括金属管。然而,在本发明的上下文中,此基本结构已经在射束导管B"的长度(沿Z轴)的至少一部分上被修改。参考图2A,其示出了图1的射束导管B"的一部分的放大的横向横截面视图,可以看出的是,根据本发明,射束导管B"的至少(纵向)部分具有复合形式,所述复合形式包括:

[0103] -由电绝缘材料构成的外管50(壁厚 $t_t$ );

[0104] -由导电材料构成的内表层52(厚度 $t$ )。

[0105] 外管50-具有环形横截面-的外径为例如大约5-10mm,并且内径为大约4.5-9mm,并且,例如,包含陶瓷或玻璃质材料。在其内(圆柱形)表面50'上,已经设置/沉积了表层52,例如,厚度 $t$ 为约15 $\mu\text{m}$ ,并且包括如氮化钛等材料。在使用期间,内表层52连接到电地/地。此复合结构可以用在整个射束导管B"中,但是它也可以仅应用在其选定位置处,如在校正器40内以及每个校正器40与样本S之间。如上所述,这种结构保护射束B免受Johnson-Nyquist磁场的影响,并且从而减少了这种场的模糊效应。

[0106] 图2B示出了图2A中的情况的修改版本,其中在外管50与内表层52之间存在空间隙51。在使用中,间隙51被抽空到(基本上)与表层52的内部空间相同的真空水平,从而跨表层52(基本上)没有径向压力差;相反,如果表层52的内部处于非真空压力下(例如,在制造、运输、维护等期间),则间隙51也保持在(基本上)这种相同的压力下。以这种方式,表层52可以有效地自支撑,尽管相对较薄-尽管当然可以在物品52与50之间设置一个或多个互连,例如,以径向支柱或连接的末端的形式,例如;因此,它也可以描述为套管或软管,例如。示出的结构也适用/利用当前发明的见解,如果表层52具有相对小的 $\sigma t$ 值,例如, $\sigma t < 0.1$ 或 $< 0.01$ ,例如。

[0107] 注意,图2A和2B两者中的表层52都是“离散的”,因为它:

[0108] -与绝缘外管50在结构上不同;和/或;

[0109] -在图2B的情况下,与绝缘外管50物理地分离。

[0110] 实施例2

[0111] 根据本发明并且如图2A中所示的复合射束导管结构可以以各种方式制造。例如:

[0112] -可以从生陶瓷材料的平板开始,如LTCC。这最终将成为外管50(在轧制成圆柱形之后)。

[0113] -导电(但高电阻)薄膜沉积在此平板的平面上,例如使用上述技术PE-CVD、PE-ALD

或PVD之一。这最终将成为表层52。

[0114] 现在将平板卷成圆柱体,内表面上有导电薄膜;这可以借助于合适的夹具/形式来完成。然后进行等静压以及烧结/烘烤。

[0115] 在替代性方法中,将管50预成形(例如,铸造或轧制)成圆柱形,并且然后将表层52沉积在其内表面上。

[0116] 实施例3

[0117] 现在将给出本发明某些方面的简明数学论文。电导体(磁性和非磁性两者)通过相同的热电流在低频下产生大量波动的磁场,这导致电阻器中众所周知的Johnson-Nyquist噪声。考虑内半径 $a$ 、壁厚 $t \ll a$ ,以及导电率 $\sigma$ 的非磁性管。一个阈值频率与趋肤效应有关,并且由下式给出:

$$[0118] \quad V_{\text{表层}} = (\pi \mu_0 \sigma t^2)^{-1}. \quad (3.1)$$

[0119] 这里, $\mu_0$ 是真空的磁导率。现在考虑厚度为 $t$ 的大盘中的环路电流,其平均半径 $a > t$ ,并且DC电阻 $R_0 = 2\pi / (\sigma t)$ ,由此在距盘距离 $a$ 处测量波动磁场。在这种情况下,频率依赖电阻 $R$ 的合理近似值为:

$$[0120] \quad R(\nu) \approx \frac{2\pi}{\sigma} (t^{-4} + [\pi \mu_0 \sigma \nu]^2)^{1/4}. \quad (3.2)$$

[0121] 电流波动由下式给出:

$$[0122] \quad \langle I^2 \rangle = \int_0^\infty d\nu \langle \tilde{I}^2 \rangle \quad (3.3)$$

[0123] 其中:

$$[0124] \quad \langle \tilde{I}^2 \rangle = \frac{4kTR(\nu)}{R(\nu)^2 + (2\pi L_{\text{ind}}\nu)^2} \approx \frac{4kTR(\nu)}{R(\nu)^2 + (2\pi \mu_0 a \nu)^2}, \quad (3.4)$$

[0125] 其中自电感 $L_{\text{ind}} \approx \mu_0 a$ , $k$ 是波尔兹曼常数,并且 $T$ 是温度。因此,有第二阈值频率 $\nu_{\text{ind}}$ ,其满足:

$$[0126] \quad R(\nu_{\text{ind}}) = 2\pi \mu_0 a \nu_{\text{ind}}$$

[0127] 其中:

$$[0128] \quad \nu_{\text{ind}} = (\mu_0 a \sigma t)^{-1}, \quad (3.5)$$

[0129] 对于 $t \ll a$ 。

[0130] 用于磁场的低频变化的等式具有以下形式:

$$[0131] \quad \langle \tilde{B}^2 \rangle = \frac{C_{\text{geo}} \mu_0^2 k T \sigma t}{a^2}, \quad (3.6)$$

[0132] 几何因子 $C_{\text{geo}} < \approx 0.2$ 。对于管, $a$ =管半径。这可以扩展到谱密度:

$$[0133] \quad \langle \tilde{B}^2 \rangle = \frac{C_{\text{geo}} \mu_0^2 k T \sigma t}{a^2} \frac{R_0 R(\nu)}{R(\nu)^2 + (2\pi \mu_0 a \nu)^2}. \quad (3.7)$$

[0134] 因为 $t \ll a$ ,等式(3.7)可以近似为:

$$[0135] \quad \langle \tilde{B}^2 \rangle = \frac{C_{\text{geo}} \mu_0^2 k T \sigma t}{a^2} \frac{R_0^2}{R_0^2 + (2\pi \mu_0 a \nu)^2} = \frac{C_{\text{geo}} \mu_0^2 k T \sigma t}{a^2} \frac{1}{1 + (\mu_0 a \sigma t \nu)^2}, \quad (3.8)$$

[0136] 其整合到:

$$[0137] \quad \langle B^2 \rangle = \int_0^\infty d\nu \langle \tilde{B}^2 \rangle = \frac{\pi C_{\text{geo}} \mu_0 k T}{2a^3} \quad (3.9)$$

[0138] 因此,壁厚 $t$ 和导电率 $\sigma$ 落在等式之外。如果 $\sigma t$ 被降低,在低频下的频谱密度被降低,但是所有的噪声功率被传递到更高的频率。

[0139] 为了计算由波动磁场引起的偏转角,需要知道横向磁场的所谓的相关距离 $\xi$ (沿着管轴)。对于通过Johnson-Nyquist电流生成的场,可以使用 $\xi = 3a/2$ 。在所谓的“冻结偶极子”情景中,假设频率远低于 $v/2\xi$ ,其中 $v$ 是电子速度,可以得到:

$$[0140] \quad \langle \theta^2 \rangle = \frac{\eta^2 L}{U_r} \langle B^2 \rangle \int_{-\infty}^{\infty} dz A_n(z) = \frac{\eta^2 L}{U_r} \langle B^2 \rangle \xi = \frac{3\pi C_{\text{geo}}}{4} \frac{\eta^2 L \mu_0 k T}{U_r a^2} \quad (3.10)$$

[0141] 对于长度为 $L$ 的管,其中:

[0142]  $-U$ =加速电压;

[0143]  $-U_r$ =相对论电压 $=U(1+Ue/2mc^2)$ ,  $e$ 和 $m$ 分别为电子电荷和质量;

[0144]  $-A_n(z)$ 是 $B(z)$ 的归一化自相关函数,即, $A_n(0)=1$ 。可能的自相关函数是:

$$[0145] \quad A_n(z) = e^{-2|z|/\xi} \quad (3.11)$$

[0146] 并且

$$[0147] \quad A_n(z) = e^{-\pi z^2/\xi^2} \quad (3.12)$$

[0148] 后面的等式将在下面假设。

[0149] 3.1:“未冻结的偶极子”

[0150] 对于大于上述“冻结偶极子”阈值 $v/2\xi$ 的频率,电子在横穿相关距离 $\xi$ 的同时摆动多个周期。与“冻结偶极子”情况相比,这大大降低了净偏转角,这(部分)解释了为什么黑体辐射对TEM中的图像扩散没有显著贡献。为了将这些频率包含在Johnson-Nyquist电流中,使用由具有一组任意大的离散频率的简单模型,用于光轴上的横向磁场,不同频率之间没有任何相互关联。轴向电子仍假定由洛伦兹力控制,通过:

$$[0151] \quad \gamma_r m \frac{d^2 \vec{r}}{dt^2} = -e \vec{v} \times \vec{B}(z, t) \quad (3.1.1)$$

[0152] 在此,  $\gamma_r = 1 + Ue/mc^2$ 。允许磁场的相关函数随频率变化,即,假设 $A_n(z)$ 和 $\xi$ 是频率相关的。然后可以显示偏转角 $\theta$ :

$$[0153] \quad \langle \theta^2 \rangle = \frac{\eta^2 L}{U_r} \int_0^\infty d\nu \langle \tilde{B}^2(\nu) \rangle \int_{-\infty}^{\infty} dz e^{i2\pi\nu z/v} A_n(z; \nu), \quad (3.1.2)$$

[0154] 其中 $\eta = (e/2m)^{1/2}$ ,并且指数因子解释了电子的摆动。等式(3.12)然后得出:

$$[0155] \quad \langle \theta^2 \rangle = \frac{\eta^2 L}{U_r} \int_0^\infty d\nu \langle \tilde{B}^2(\nu) \rangle \cdot \xi(\nu) e^{-\pi[\xi(\nu) \cdot \nu/v]^2} \quad (3.1.3)$$

[0156] 这个等式表明:

$$[0157] \quad \langle \theta^2 \rangle \approx \frac{3a}{2} \frac{\eta^2 L}{U_r} \int_0^{\nu_{\text{max}}} d\nu \langle \tilde{B}^2(\nu) \rangle, \quad (3.1.4)$$

[0158] 其中上限大致等于“冻结偶极子”阈值:

$$[0159] \quad \nu_{\max} \approx \frac{v}{2\xi} = \frac{v}{3a} \approx \nu_{\text{cut}} \cdot \frac{v}{c}, \quad (3.1.5)$$

[0160] 就截止频率而言：

$$[0161] \quad \nu_{\text{cut}} = \frac{1.84c}{2\pi a}$$

[0162] 和真空中的光速c。使用等式(3.8)，这得出：

$$[0163] \quad \langle \theta^2 \rangle \approx \frac{3C_{\text{geo}}}{2} \frac{\eta^2 L \mu_0 kT}{U_r a^2} \arctan(\mu_0 a \sigma t \nu_{\max}), \quad (3.1.6)$$

[0164] 从中可以得出，如果：

$$[0165] \quad \sigma t \ll \frac{3}{\mu_0 v} = [0.008 \Omega^{-1}] \cdot \frac{c}{v}, \quad (3.1.7)$$

[0166] 可以实现大幅降低热磁场噪声，在这种情况下，等式(3.1.6)简化为：

$$[0167] \quad \langle \theta^2 \rangle \approx \frac{3C_{\text{geo}} \eta^2 L \mu_0^2 kT \sigma t \nu_{\max}}{2U_r a} \approx \frac{C_{\text{geo}} \eta^2 L \mu_0^2 kT v \cdot \sigma t}{2U_r a^2}, \quad (3.1.8)$$

[0168] 即，图像扩散仅根据等式(3.1.7)给出的范围内的 $(\sigma t)^{1/2}$ 进行缩放。例如，在 $U_{\max} = 300\text{kV}$ 的电子显微镜的特定情况下，得到：

$$[0169] \quad \sigma t \ll 4/(\mu_0 c) = 0.011 \Omega^{-1}. \quad (3.1.9)$$

[0170] 实施例4

[0171] 图3是在300kV(黑线)和30kV(灰线)的射束(加速)电压下，本发明的实施例中作为 $\Sigma = \log_{10}(\sigma t)$  (表层导电率×表层厚度)的函数的相对图像扩散 $\Delta$  (由于磁场噪声)的图。在本质上：

$$[0172] \quad \Delta = \theta(\sigma t)_{\text{inv}} / \theta(\sigma t)_{\text{ref}}$$

[0173] 其中下标“inv”和“ref”分别表示“发明”和“参考”。传统的不锈钢射束导管是用于垂直轴的参考。水平虚线下方的点( $\Delta = 1$ )表示关于传统射束导管的改进。需要注意的是在 $\Sigma = -1$  (对应于 $\sigma t = 0.1$ )处，已经有改进，但是在 $\Sigma = -2$  (对应于 $\sigma t = 0.01$ )处，改进更强，并且在 $\Sigma = -3$  (对应于 $\sigma t = 0.001$ )处，改进甚至更强。

[0174] 实施例5

[0175] 图4示出了图2(A和/或B)中所示的替代性(但相关)实施例的放大横向横截面视图。这里，图2的层压复合材料已经被包括混合电绝缘材料和导电材料的聚集复合材料54代替，因此产生了具有比图2中的表层52更低的导电率 $\sigma$ 的“混合”材料。导管B'具有壁厚 $t_w$ ，其大于图2中的表层厚度 $t$ 。根据上面的讨论，产物 $\sigma t_w$ 相对较小，例如， $< 0.01 \Omega^{-1}$ ，或者甚至 $< 0.001 \Omega^{-1}$ 。





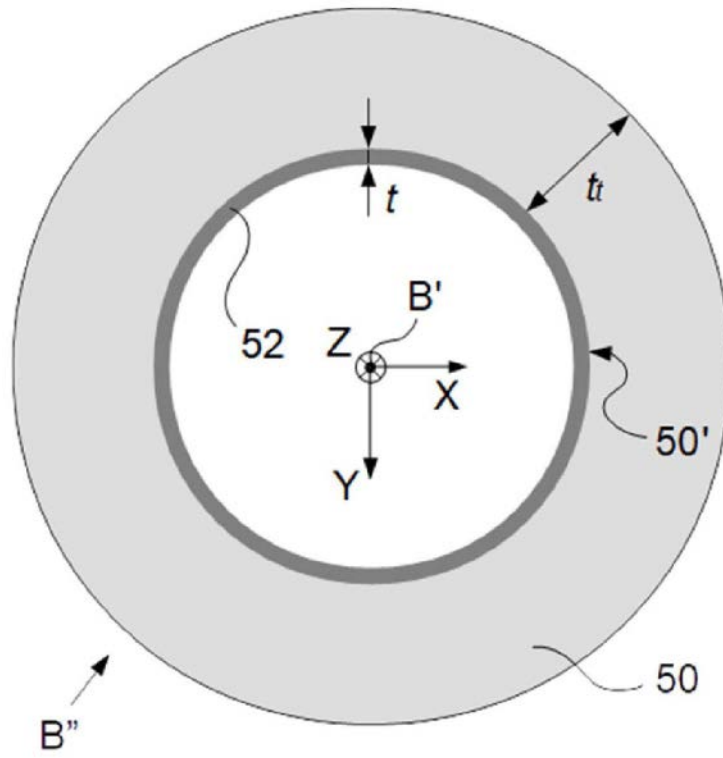


图 2A

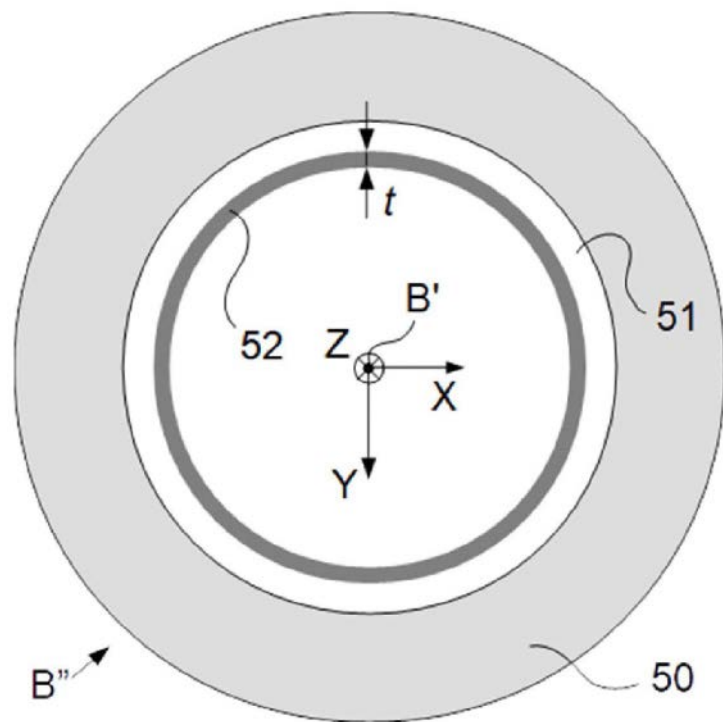


图 2B



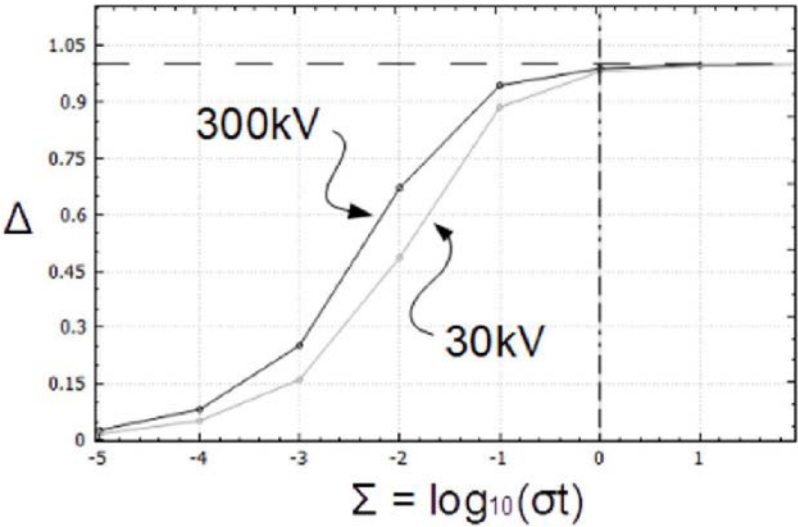


图 3

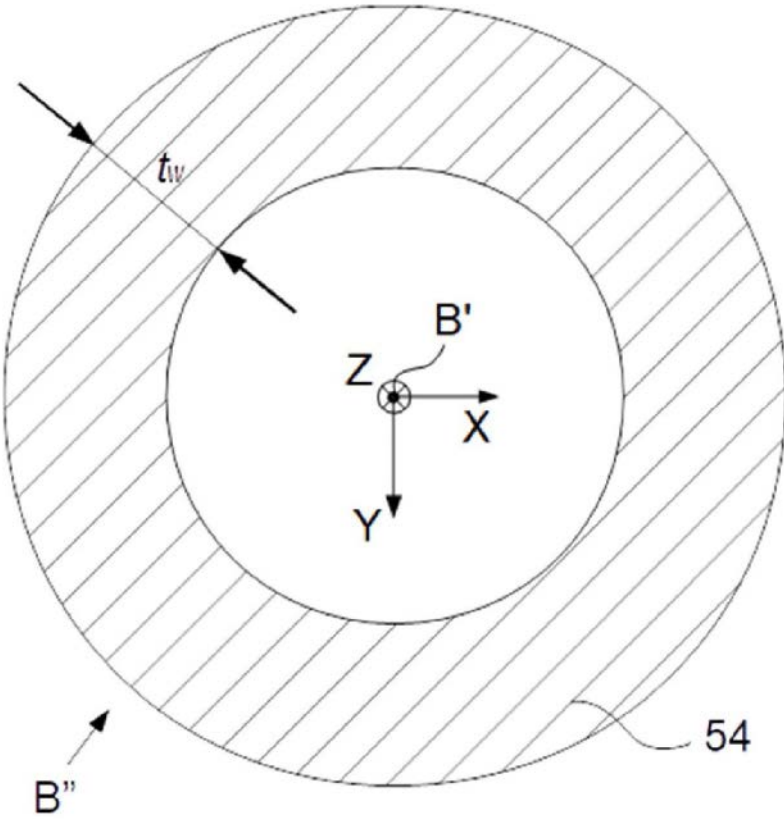


图 4