

(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
2017年11月30日(30.11.2017)



(10) 国際公開番号

WO 2017/203553 A1

(51) 国際特許分類:
H01J 37/20 (2006.01)

丁目24番14号 株式会社 日立ハイテク
テクノロジーズ内 Tokyo (JP).

(21) 国際出願番号: PCT/JP2016/065111

(22) 国際出願日: 2016年5月23日(23.05.2016)

(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
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).

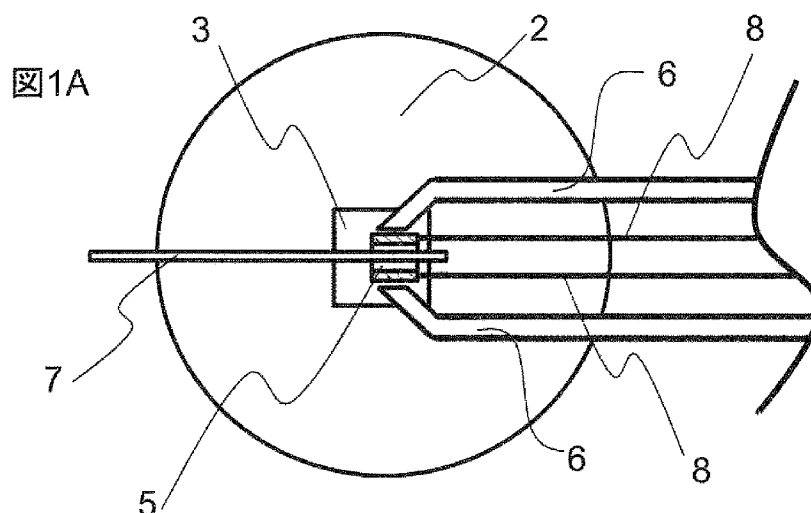
(72) 発明者: 矢口 紀恵 (**YAGUCHI Toshie**);
〒1058717 東京都港区西新橋一丁目24番
14号 株式会社 日立ハイテク
テクノロジーズ内 Tokyo (JP). 長久保 康平 (**NAGAKUBO
Yasuhira**); 〒1058717 東京都港区西新橋一

(74) 代理人: 戸田 裕二 (**TODA Yuji**); 〒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.

(54) **Title:** SAMPLE HOLDING DEVICE AND CHARGED PARTICLE BEAM DEVICE PROVIDED WITH SAME

(54) 発明の名称: 試料保持装置、およびこれを備えた荷電粒子線装置



(57) **Abstract:** The present invention addresses the problem of providing a sample holding device enabling to observe phenomena on the surface and inside of a sample, said phenomena being generated in different gas spaces, and a charged particle beam device that is provided with the sample holding device. In order to solve the problem, a sample holding device (1) for a charged particle beam device for observing a sample using charged particle beams is configured such that the sample holding device is provided with: a first gas jetting nozzle (6) capable of jetting a first gas to a first portion of a sample (5); a second gas jetting nozzle (6) capable of jetting a second gas to a second portion of the sample (5), said second portion being different from the first portion; and a partition wall section (7) that is provided between the first gas jetting nozzle (6) and the second gas jetting nozzle 6.

[続葉有]



(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))

(57) 要約: 本発明は、異なるガス空間で発生する試料表面および内部の現象を観察することが可能な試料保持装置、およびこれを備えた荷電粒子線装置を提供することを課題とする。この課題を解決するため、荷電粒子線を用いて試料を観察する荷電粒子線装置用の試料保持装置(1)を、試料(5)の第1の部位に第1のガスを噴射可能な第1のガス噴射ノズル(6)と、試料(5)の第1の部位とは異なる第2の部位に、第2のガスを噴射可能な第2のガス噴射ノズル(6)と、第1のガス噴射ノズル(6)と第2のガス噴射ノズル(6)との間に設けられた隔壁部(7)と、を備えるように構成する。

明 細 書

発明の名称： 試料保持装置、およびこれを備えた荷電粒子線装置
技術分野

[0001] 本発明は、荷電粒子線を用いて試料の観察を行う荷電粒子線装置の試料保持装置、およびこれを備えた荷電粒子線装置に関する。

背景技術

[0002] 電子顕微鏡において、常温で試料を観察するほかに、高温に加熱、あるいは冷却、電圧印加、引っ張り応力を印加して試料をその場観察する方法がある。あるいは、種々のガス雰囲気中でその場観察する方法がある。

[0003] 高温、特定雰囲気下で、試料の所望の個所に電圧を印加しその反応をリアルタイムで観察する電子顕微鏡装置としては、特許文献1に記載のように、電極を設けたMEMS (Micro Electro Mechanical System) チップにFIB (Focused Ion Beam) で微小試料を搭載し、電子線を透過する薄膜を有した異なるMEMSチップで挟み密閉し、その空間に液体、およびガスを導入する装置がある。

[0004] その場観察技術は種々の反応プロセスの観察に用いられており、燃料電池などの触媒劣化プロセス解明の手段として適用が試みられている。例えば、非特許文献1に記載のように、MEMSで燃料電池の微小模擬セルを作製し、水素および空気を各電極に導入し電圧を発生させる代わりに、発電しているときと同様な電圧をかけ、電解液中の電極に塗布した触媒粒子の変化を観察する方法がある。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特許第5699207号

非特許文献

[0006] 非特許文献1：S. Nagashima et al., In situ Liquid TEM Study for Degradation Mechanisms of Fuel Cell Catalysts during Potential Cycling Test

, Microsc. Microanal. 21 (Suppl 3), 2015, p.1295-1296, DOI: 10.1017/S1431927615007266

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0007] 上記の先行技術において、異なるガスを単一試料の異なる所望の個所に別個に導入することは困難で、それによって生じる化学反応の観察および試料の電圧・電流測定は困難であった。また、観察対象が、電極に塗布された電解液中のナノ粒子に限られていた。
- [0008] そのため、例えば燃料電池の触媒劣化過程の観察を行う場合、触媒を塗布した電極に同様な電圧が印加できるようにし、化学反応を模擬した構造をMEMS技術で作製していた。これは実際の燃料電池とは異なる構造であり、燃料電池が作動する実環境とも異なっており、ガス導入により発生する反応については配慮されていなかった。
- [0009] そこで本発明は、異なるガス空間で発生する試料表面および内部の現象を観察することが可能な試料保持装置、およびこれを備えた荷電粒子線装置を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

- [0010] 上記課題を解決するために、例えば請求の範囲に記載の構成を採用する。
- [0011] 本願は上記課題を解決する手段を複数含んでいるが、その一例を挙げるならば、荷電粒子線を用いて試料を観察する荷電粒子線装置用の試料保持装置であって、前記試料の第1の部位に第1のガスを噴射可能な第1のガス噴射ノズルと、前記試料の前記第1の部位とは異なる第2の部位に、第2のガスを噴射可能な第2のガス噴射ノズルと、前記第1のガス噴射ノズルと前記第2のガス噴射ノズルとの間に設けられた隔壁部と、を備えることを特徴とする。

発明の効果

- [0012] 本発明によれば、異なるガス空間で発生する試料表面および内部の現象を

観察することが可能な試料保持装置、およびこれを備えた荷電粒子線装置を提供することができる。

[0013] 上記した以外の課題、構成及び効果は、以下の実施例の説明により明らかにされる。

図面の簡単な説明

[0014] [図1A]試料ホルダ1の一部拡大上面図（実施例1）。

[図1B]試料ホルダ1の一部断面図（実施例1）。

[図2A]試料ホルダ1の全体図（実施例1）。

[図2B]試料ホルダ1の先端部の拡大上面図（実施例1）。

[図2C]試料ホルダ1のグリップ9部の構成図（実施例1）。

[図3A]試料作製法の説明図。

[図3B]試料作製法の説明図。

[図3C]試料作製法の説明図。

[図3D]試料作製法の説明図。

[図3E]試料作製法の説明図。

[図4]電子顕微鏡22の基本構成図。

[図5]燃料電池の動作説明図。

[図6A]試料ホルダ1の一部拡大上面図（実施例2）。

[図6B]試料ホルダ1の一部拡大上面図（実施例3）。

[図7]試料ホルダ1の先端拡大上面図（実施例4）。

[図8A]試料ホルダ1の先端部一部拡大上面図（実施例5）。

[図8B]試料ホルダ1の縦断面図（実施例5）。

[図8C]試料ホルダ1の横断面図（実施例5）。

[図9A]試料5の形状を示す図（実施例6）。

[図9B]試料ホルダ1の一部拡大上面図（実施例6）。

[図9C]試料ホルダ1の一部拡大断面図（実施例6）。

[図10A]試料ホルダ1の上面図（実施例7）。

[図10B]図10Aの試料ホルダ1の中軸36が90度回転した状態の図（実施

例 7)。

[図11]試料ホルダ 1 の先端部の一部拡大上面図（実施例 8）。

[図12A]試料ホルダ 1 の一部拡大上面図（実施例 9）。

[図12B]試料ホルダ 1 の一部断面図（実施例 9）。

発明を実施するための形態

[0015] 以下、図面を用いて本発明の実施例を説明する。以下の説明では、荷電粒子線を用いて試料の観察を行う荷電粒子線装置用として電子顕微鏡を例に説明する。

実施例 1

[0016] 図 1 A および図 1 B に、荷電粒子線を用いて試料の観察を行う荷電粒子線装置用の試料ホルダ 1 の一部拡大上面図（図 1 A）および断面図（図 1 B）を示す。試料支持膜フレーム 2 は円形の MEMS で作成された Si チップであり、中央に電子線の透過する部分となる正方形のフレーム窓 3 を有し、Si チップの片面に電子線が透過可能な厚さの試料支持膜 4 が張られている。試料支持膜 4 は SiN のような絶縁体である。フレーム窓 3 部分に位置する試料支持膜 4 上には小片に切りだした試料 5 が搭載される。試料 5 の両端に、それぞれ試料 5 に向けたガス導入口を有した 2 つのガス噴射ノズル 6 が配されている。ガス噴射ノズル 6 の間に位置する試料 5 の中央部には、各々のガス噴射ノズル 6 から噴射されるガス雰囲気を遮断するための隔壁 7 を有する。ガス噴射ノズル 6 のガス噴出口と試料 5 との距離は、好ましくは 1 mm 以下である。また、試料 5 の両端部には電圧測定端子 8（電極）が接触している。

[0017] 図 2 A に試料ホルダ 1 の全体図、図 2 B に試料ホルダ 1 の先端部の拡大上面図、図 2 C に試料ホルダ 1 のグリップ 9 部の構成図を示す。ガス噴射ノズル 6 に接続されたガス導入管 10 は、試料ホルダ 1 の軸内を通り、真空内から真空外へとつながっている。試料ホルダ 1 の軸に装着された O リング 11 より先端部が電子顕微鏡の鏡体内の真空部に挿入されている。ガス噴射ノズル 6 は、試料ホルダ 1 の軸内を通るガス導入管 10 を介して、図 4 に示すよ

うにガス供給装置 32 に接続されている。電圧測定端子 8 はリード線・測定端子接続部 13 に接続されている。リード線・測定端子接続部 13 は絶縁体のリード線・測定端子接続台 14 に固定され、リード線・測定端子接続台 14 は試料ホルダ 1 に固定されている。リード線 15 は、図 4 に示すように電子顕微鏡鏡体外の電圧制御部 33 内の電圧電流測定部 34 に接続されている。電圧制御部 33 内では試料 5 に電圧測定端子 8 を介して電圧を印加するための電圧電源を備えている。試料支持膜フレーム 2 は試料ホルダ 1 に接着などで固定されている。ガス雰囲気遮断する隔壁 7 は、着脱が可能な板状部材であり、試料ホルダ 1 の隔壁保持部 16 に挟み込まれる。

[0018] 図 3 A 乃至図 3 E に試料作製法を示す。図 3 A は図 3 B の状態の試料の分解立体図である。試料 5 の電圧発生部あるいは電圧印加部 18 と電圧測定端子 8 との接触を確実にするために、図 3 B に示すように、試料 5 の電圧発生部あるいは電圧印加部 18 に、電気測定に必要な端子となる導電性膜 19 (Au 箔または類似の導電性材料) を接着する。図 3 C に示すように、導電性膜 19 を接着した試料 5 を樹脂 20 で包埋する。図 3 D に示すように、各断面が電子線透過可能な厚さになるようにミクロトームなどで薄膜化および整形する。図 3 E に示すように、整形した薄膜部を電圧測定端子 8 に接続可能な方向になるよう、試料支持膜 4 上に配する。これにより、確実に、薄膜部に発生した電圧の測定が可能となる。

[0019] 図 4 に、本発明の試料ホルダ 1 を備える電子顕微鏡 22 の基本構成図を示す。電子顕微鏡 22 の鏡体は、電子銃 23、コンデンサーレンズ 24、対物レンズ 25、投射レンズ 26 により構成されている。コンデンサーレンズ 24、対物レンズ 25 の間には、試料ホルダ 1 が挿入される。投射レンズ 26 の下方には蛍光板 27 が装着され、蛍光板 27 の下方にはカメラ 28 が装着されている。カメラ 28 は、画像表示部 29 に接続されている。試料ホルダ 1 のガス導入管 10 は、流量計 30 a, 30 b とガス圧コントロールバルブ 31 a, 31 b を介し、ガス供給装置 32 に連結されている。試料ホルダ 1 のリード線 15 は電子顕微鏡 22 鏡体外の電圧制御部 33 内の電圧電流測定

部 3 4 に接続されている。

[0020] 電子銃 2 3 から発生した電子線 3 5 はコンデンサーレンズ 2 4 により収束され試料 5 に照射される。試料 5 を透過した電子線 3 5 は対物レンズ 2 5 により結像され、投射レンズ 2 6 により拡大、蛍光板 2 7 上に投影される。または、蛍光板 2 7 を電子線 3 5 の経路から外し、試料 5 を透過した電子線 3 5 をカメラ 2 8 に投影し、画像表示部 2 9 に透過像が表示されるようにしてもよい。試料 5 近傍には、ガスを吹き付けられるようにガス噴射ノズル 6 が装着されている。

[0021] 少量のガスを試料 5 に吹き付けながら試料 5 が反応している様子を蛍光板 2 7 あるいはカメラ 2 8 に投影された透過電子像で観察しながら、試料 5 とガスの反応によって発生する電圧を測定することも可能である。あるいは、ガス導入下での電圧を印加した試料 5 の変化を観察することも可能となる。この際、試料 5 は試料支持膜 4 の平面上に置くことになり、試料 5 と試料支持膜 4 との密着性が高くなるため、ガスは試料 5 の試料支持膜 4 側とは異なる側から導入される。そのため、試料 5 の表面からのみガスを導入し、試料 5 から離れたところで混合したガスに試料 5 の裏面が曝されることなく、局所的に導入されたガスによる内部での変化を捉えることが可能である。

[0022] なお、上述の透過電子像を用いた透過電子顕微鏡のみならず、本発明は二次電子像を用いる走査電子顕微鏡でも実施可能である。走査電子顕微鏡の場合、投射レンズ 2 6 は不要で、電子線入射エネルギーが数十 k e V 以下の細く絞った電子線を試料 5 面上で走査させ、試料 5 表面から発生する二次電子を検出する。これにより、試料 5 表面の反応状態を観察することが可能である。

[0023] 図 5 に、燃料電池の動作説明図を示す。燃料電池は、本発明による観察が有益と考えられる技術分野の一例である。燃料電池は、中央の電解質膜を挟んで両側に電極がある膜／電極接合体 (Membrane Electrode Assembly, MEA) と呼ばれる基本構造を有している。現在は、どちらの電極にもカーボン系担体 (カーボンプラック、グラファイト化カーボン、ケッチェンブラック

など)と白金(Pt)またはPt合金微粒子の貴金属微粒子触媒が使われている。膜／電極接合体50の燃料極51に水素(図5の H_2)などの燃料が供給され、プロトン(図5の H^+)と電子(図5の e^-)に分解する。プロトンは電解質膜52内を、電子は導線53内を通過して空気極54に移動する。空気極54では電解質膜52からのプロトンと、導線からきた電子が空気中の酸素(図5の O_2)と反応して水(図5の H_2O)を生成する。例えばこの燃料電池MEAを模した試料5を作製し、本発明の試料ホルダ1にセットし、各電極に異なるガスを吹き付けることにより、燃料電池の動作状態を模擬した観察をリアルタイムで行うことが可能となる。

実施例 2

[0024] 図6Aに試料ホルダ1の別の実施例の一部拡大上面図を示す。ガス噴射ノズル6は導電性があるため、図6Aに示すように、電圧測定端子8を試料5に接触させる代わりにガス噴射ノズル6に接触させ、ガス噴射ノズル6を試料5の両端に接触させてもよい。実施例1の電圧測定端子8を小さい試料5に接触させるのは難しいが、本実施例の形態であればガス噴射ノズル6で試料5を挟むだけ試料5の電圧を測定可能になる。

実施例 3

[0025] 図6Bに試料ホルダ1の別の実施例の一部拡大上面図を示す。ガス噴射ノズル6は導電性があるため、図6Bに示すように、ガス噴射ノズル6自体が電圧測定端子8の役割を果たすように、ガス噴射ノズル6bを、試料5に接触させ、リード線15等で電圧電流測定部に接続されるようにしてもよい。実施例2と同様、本実施例の形態でもガス噴射ノズル6で試料5を挟むだけで試料5の電圧を測定可能になる。

実施例 4

[0026] 図7に試料ホルダ1の別の実施例の先端拡大上面図を示す。ガス噴射ノズル6を試料5の両端に接触させるために板バネ17で固定するようにしてもよい。これにより、ガス噴射ノズル6および試料5共に固定される。板バネ17の先端部はリング状であり、リング部分にピンセットの先端などを差し

込み、つまむことによってバネがゆるみ固定を解くことが可能である。

実施例 5

[0027] 図 8 A 乃至図 8 C に、試料ホルダ 1 の先端部一部の拡大上面図（図 8 A）、縦断面図（図 8 B）、および横断面図（図 8 C）を示す。試料 5 および電圧測定端子 8 がセットされ、ガス噴射ノズル 6 も所定の位置に配された上から、各電圧測定端子 8、ガス噴射ノズル 6、および試料 5 を含むように高分子膜 2 1 で被覆する。これにより、試料 5 部分に高分子膜 2 1 が密着して図 8 C に示すように隔壁 7 が形成され、各ガス噴射ノズル 6 間が互いに分離されるため、同一の試料 5 の異なる部分に異なるガス空間を形成することが可能となる。

実施例 6

[0028] 図 9 A に試料 5 の別実施例の形状、図 9 B に図 9 A の試料 5 を配置した試料ホルダ 1 の一部拡大上面図、図 9 C に図 9 A の試料ホルダ 1 の一部拡大断面図を示す。実施例 1 で示したような試料 5 の形状では、全面観察が可能である一方、試料 5 の体積が少ないため電流量が少なく、電圧・電流変化の測定が難しい。そこで、試料 5 を図 3 C の状態から薄膜状に切削する代わりに、厚みのある部分と薄い部分とを備える形状、例えばくさび状の形状に切り出す。厚みのある部分では反応量を多くすることができ、薄い部分では透過像を得やすくすることができる。よって、試料 5 の厚みのある部分を電圧測定端子 8 との接触部とし、薄い部分を透過像観察部とすることにより、試料 5 内部に発生した電圧・電流変化の測定と透過像の観察が両立可能となる。また、この試料 5 の形状は、オペレーションがしやすいという効果もある。

実施例 7

[0029] 図 10 A に、試料ホルダ 1 を電子顕微鏡用サイドエントリー型試料ホルダとして構成した場合の上面図を、図 10 B に図 10 A の試料ホルダ 1 の中軸 3 6 が 90 度回転した状態の図を示す。試料ホルダ 1 は、試料保持部 3 7 とは別に同軸回転する外殻 3 8 を有し、外殻 3 8 は少なくとも ±90 度傾斜することが可能である。これにより、例えば図 10 B の矢印 A の向きに電子線

35が入射した場合、図10Bの状態と、図10Bの状態から180度回転した状態とで観察することにより、各電極側の表面状態の二次電子像および反射電子像観察することが可能となる。

実施例 8

[0030] 図11に試料ホルダ1の別の実施例の先端部の一部拡大上面図を示す。試料支持膜4上にヒータ39を設け、ヒータ39は鏡体外に設置された加熱電源に接続される。ヒータ39が加熱されることにより、試料支持膜4が加熱され、試料5を加熱することが可能となる。これにより、試料5加熱時における、試料5とガス噴射ノズル6から供給されるガスとの反応を観察することが可能となる。

実施例 9

[0031] 図12Aおよび図12Bに、試料ホルダ1の別の実施例の一部拡大上面図（図12A）および断面図（図12B）を示す。ガス空間を仕切る隔壁7は、実施例1-3では板状部材により、実施例5では高分子膜21により形成した。しかし、隔壁7は試料5自体によって形成してもよい。例えば、図12Aおよび図12Bに示すように、試料5の部位の内、2つのガス噴射ノズル6の間に位置する部位を、各々のガス噴射ノズル6から噴射されるガス雰囲気遮断できる程度に厚く形成し、他の部分を薄く形成する形であってもよい。

[0032] なお、いずれの実施例においても、隔壁7の形成には、板状部材、高分子膜21、または試料5自体の形状による形成を適宜採用することが可能であり、これらを組合せて採用することも可能である。

[0033] 以下に本発明の効果を纏める。

[0034] 本発明を採用することにより、異なるガス空間で発生する試料表面および内部の現象を観察することができる。

[0035] また、異なるガス空間で試料の電圧による変化や、極性による変化をリアルタイムで観察、その電圧・電流測定が可能となる。

[0036] また、試料加熱時における試料とガス供給手段から供給されるガスとの反

応を観察可能となる。

[0037] また、荷電粒子線装置を用いて、微量のガスで荷電粒子線装置の真空状態に影響を与えることなく、試料を包含する異なる微小ガス雰囲気を形成させ、その雰囲気内での試料構造変化の観察および試料内に発生した電圧・電流測定を同時に行うことができる。

[0038] また、微小ガス雰囲気中での加熱、電圧印加をしながらの原子レベルの動的観察および試料内の電圧・電流測定が可能となる。

[0039] なお、本発明は上記した実施例に限定されるものではなく、様々な変形例が含まれる。例えば、上記した実施例は本発明を分かりやすく説明するために詳細に説明したものであり、必ずしも説明した全ての構成を備えるものに限定されるものではない。また、ある実施例の構成の一部を他の実施例の構成に置き換えることが可能であり、また、ある実施例の構成に他の実施例の構成を加えることも可能である。また、各実施例の構成の一部について、他の構成の追加・置換をすることも可能である。

符号の説明

[0040] 1…試料ホルダ、2…試料支持膜フレーム、3…フレーム窓、4…試料支持膜、5…試料、6, 6b…ガス噴射ノズル、7…隔壁、8…電圧測定端子、9…グリップ、10…ガス導入管、11…Oリング、13…リード線・測定端子接続部、14…リード線・測定端子接続台、15…リード線、16…隔壁保持部、17…板バネ、18…電圧発生部あるいは電圧印加部、19…導電性膜、20…樹脂、21…高分子膜、22…電子顕微鏡、23…電子銃、24…コンデンサーレンズ、25…対物レンズ、26…投射レンズ、27…蛍光板、28…カメラ、29…画像表示部、30a, 30b…流量計、31a, 31b…ガス圧コントロールバルブ、32…ガス供給装置、33…電圧制御部、34…電圧電流測定部、35…電子線、36…中軸、37…試料保持部、38…外殻、39…ヒータ、50…膜／電極接合体、51…燃料極、52…電解質膜、53…導線、54…空気極

請求の範囲

- [請求項1] 荷電粒子線を用いて試料を観察する荷電粒子線装置用の試料保持装置であって、
- 前記試料の第1の部位に第1のガスを噴射可能な第1のガス噴射ノズルと、
- 前記試料の前記第1の部位とは異なる第2の部位に、前記第1のガスとは異なる第2のガスを噴射可能な第2のガス噴射ノズルと、
- 前記第1のガス噴射ノズルと前記第2のガス噴射ノズルとの間に設けられた隔壁部と、を備えた試料保持装置。
- [請求項2] 請求項1に記載の試料保持装置であって、
- 前記試料の、前記隔壁部よりも前記第1のガス噴射ノズル側に位置する第3の部位に第1の電極を電氣的に接続し、
- 前記試料の、前記隔壁部よりも前記第2のガス噴射ノズル側に位置する第4の部位に第2の電極を電氣的に接続した、
- 試料保持装置。
- [請求項3] 請求項2に記載の試料保持装置であって、
- 前記第1のガス噴射ノズルとは独立して設けられた前記第1の電極が、前記試料の前記第3の部位に接触し、
- 前記第2のガス噴射ノズルとは独立して設けられた前記第2の電極が、前記試料の前記第4の部位に接触した、
- 試料保持装置。
- [請求項4] 請求項2に記載の試料保持装置であって、
- 前記第1のガス噴射ノズルと前記第2のガス噴射ノズルとが導電性であり、
- 前記第1の電極が前記第1のガス噴射ノズルに接触し、当該第1のガス噴射ノズルが前記試料の前記第3の部位に接触し、
- 前記第2の電極が前記第2のガス噴射ノズルに接触し、当該第2のガス噴射ノズルが前記試料の前記第4の部位に接触した、

試料保持装置。

[請求項5] 請求項2に記載の試料保持装置であって、
前記第1のガス噴射ノズルと前記第2のガス噴射ノズルとが導電性であり、
前記第1のガス噴射ノズルが前記試料の前記第3の部位に接触し、
前記第2のガス噴射ノズルが前記試料の前記第4の部位に接触し、
前記第1のガス噴射ノズルが前記第1の電極であり、前記第2のガス噴射ノズルが前記第2の電極である、
試料保持装置。

[請求項6] 請求項1乃至5のいずれかに記載の試料保持装置であって、
前記隔壁部が、板状部材である
試料保持装置。

[請求項7] 請求項1乃至5のいずれかに記載の試料保持装置であって、
前記第1及び第2のガスノズルと前記試料とを被覆する膜を有し、
前記試料と密着した前記膜が前記隔壁部を形成した、
試料保持装置。

[請求項8] 請求項2乃至7のいずれかに記載の試料保持装置であって、
前記試料は厚い部分と薄い部分とを有し、
前記厚い部分を前記電極との接触部とし、
前記薄い部分を透過像の観察部とした
試料保持装置。

[請求項9] 請求項1乃至8のいずれかに記載の試料保持装置であって、
前記ガス噴射ノズルにより前記試料を保持した
試料保持装置。

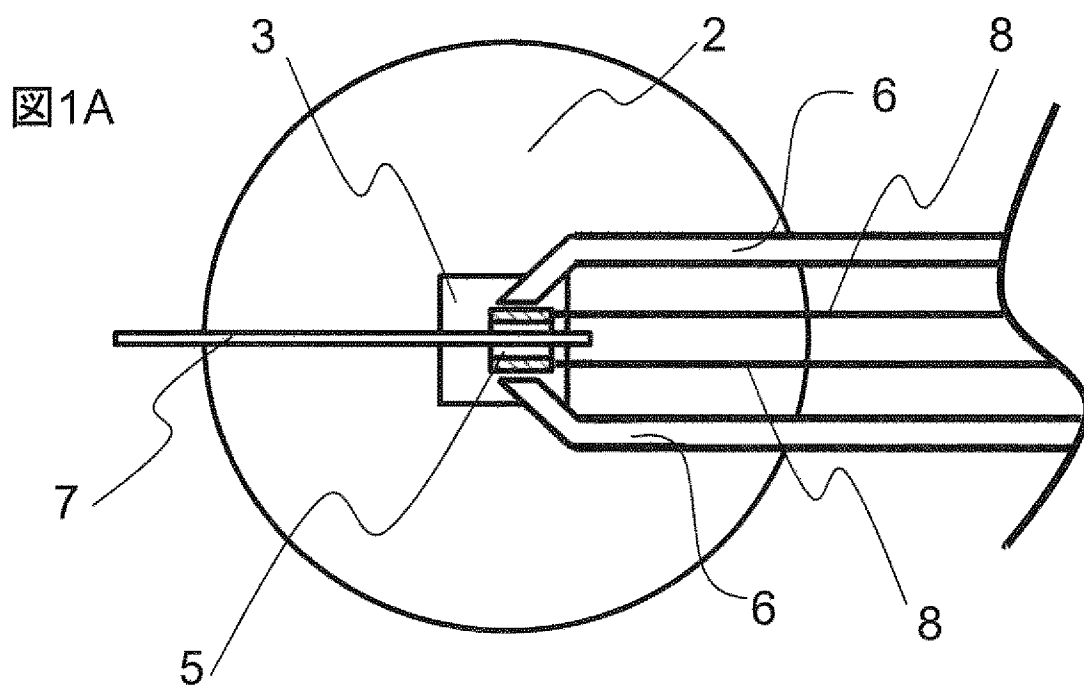
[請求項10] 請求項1乃至9のいずれかに記載の試料保持装置であって、
前記試料を保持する試料保持部と、
当該試料保持部と同軸に回転する外殻と、を有し、
前記外殻は、少なくとも±90度傾斜することが可能である、

試料保持装置。

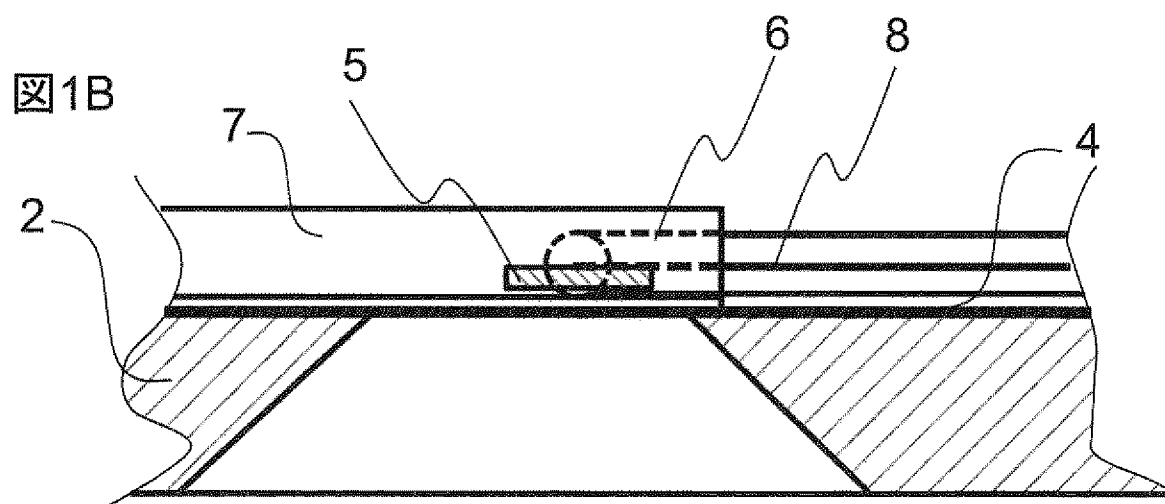
[請求項11] 請求項1乃至10のいずれかに記載の試料保持装置であって、
前記試料を搭載する試料支持膜を有し、
前記試料支持膜に前記試料を加熱するヒータを設けた、
試料保持装置。

[請求項12] 請求項1乃至11のいずれかに記載の試料保持装置を備えた
荷電粒子線装置。

[図1A]

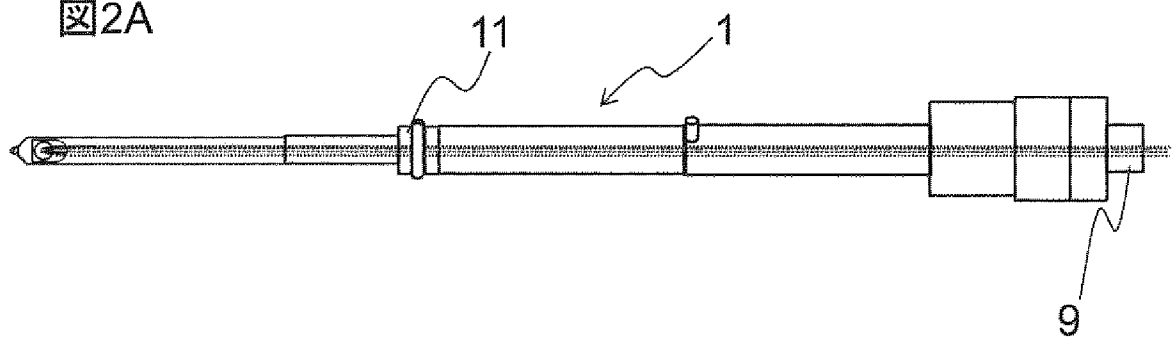


[図1B]



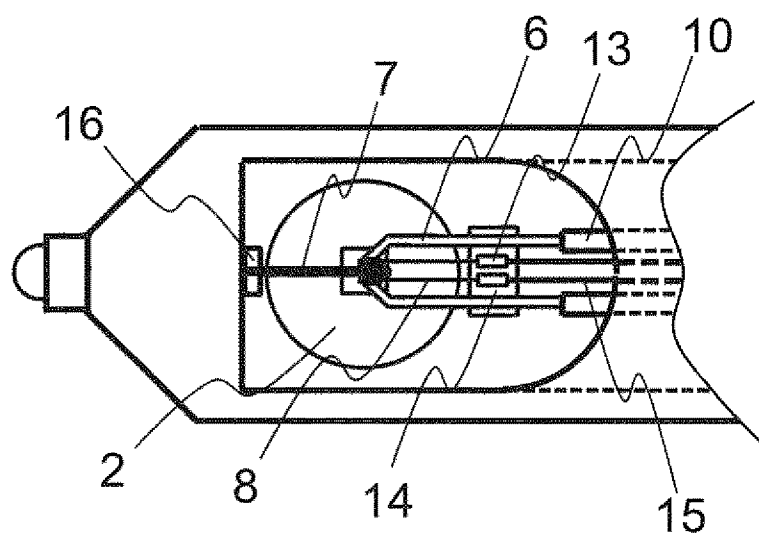
[図2A]

図2A



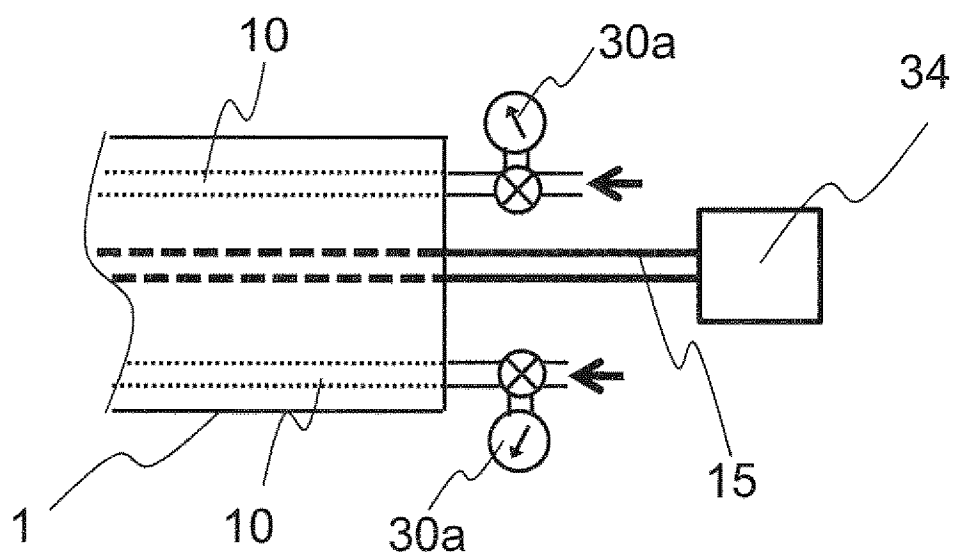
[図2B]

図2B



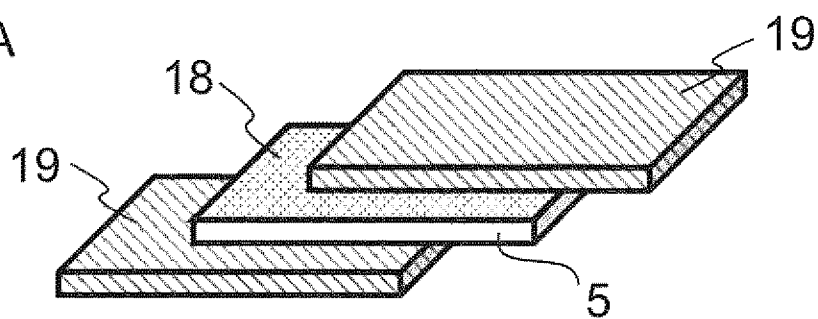
[図2C]

図2C



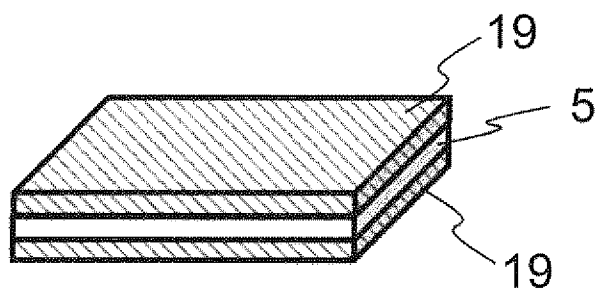
[図3A]

図3A



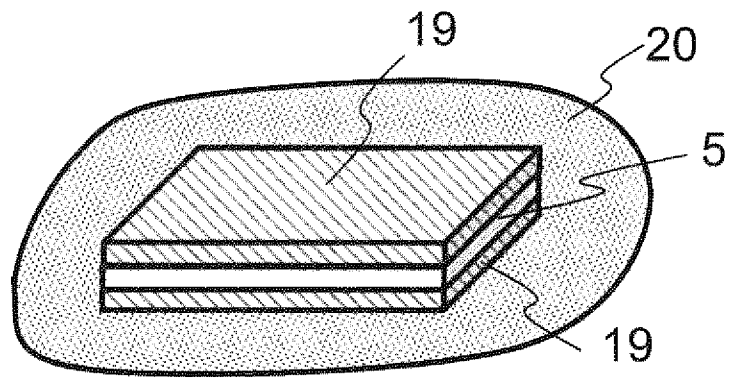
[図3B]

図3B



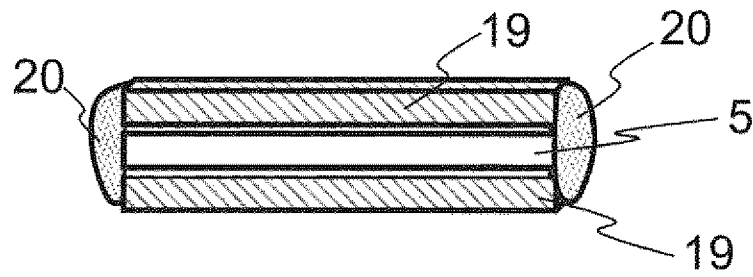
[図3C]

図3C



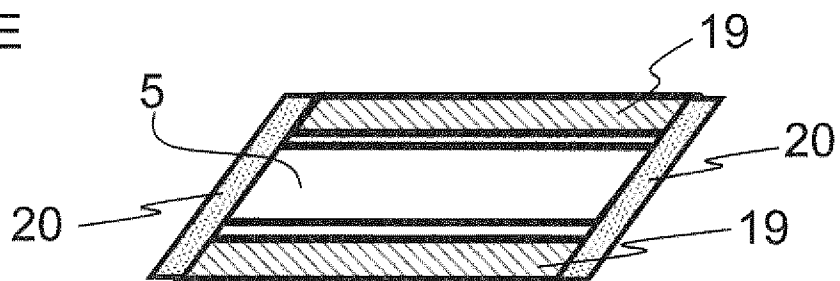
[図3D]

図3D

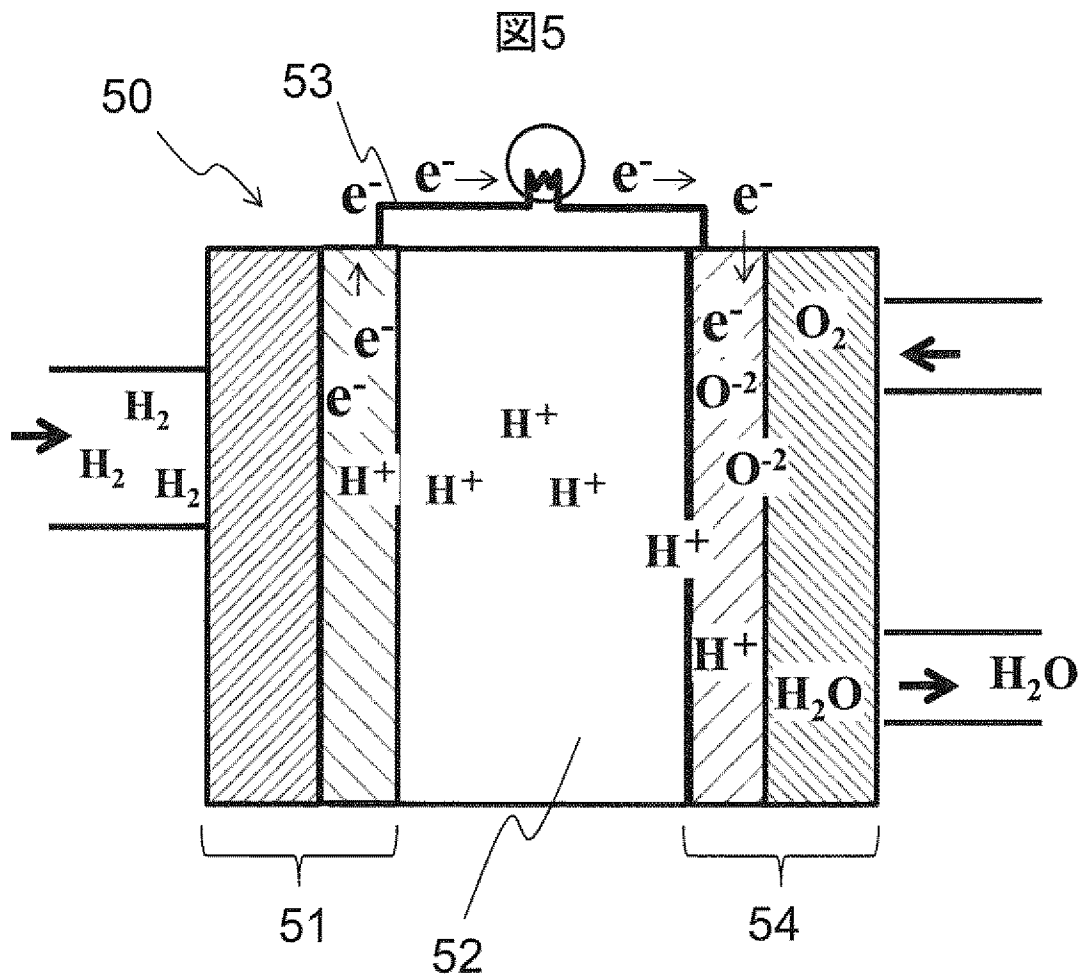


[図3E]

図3E

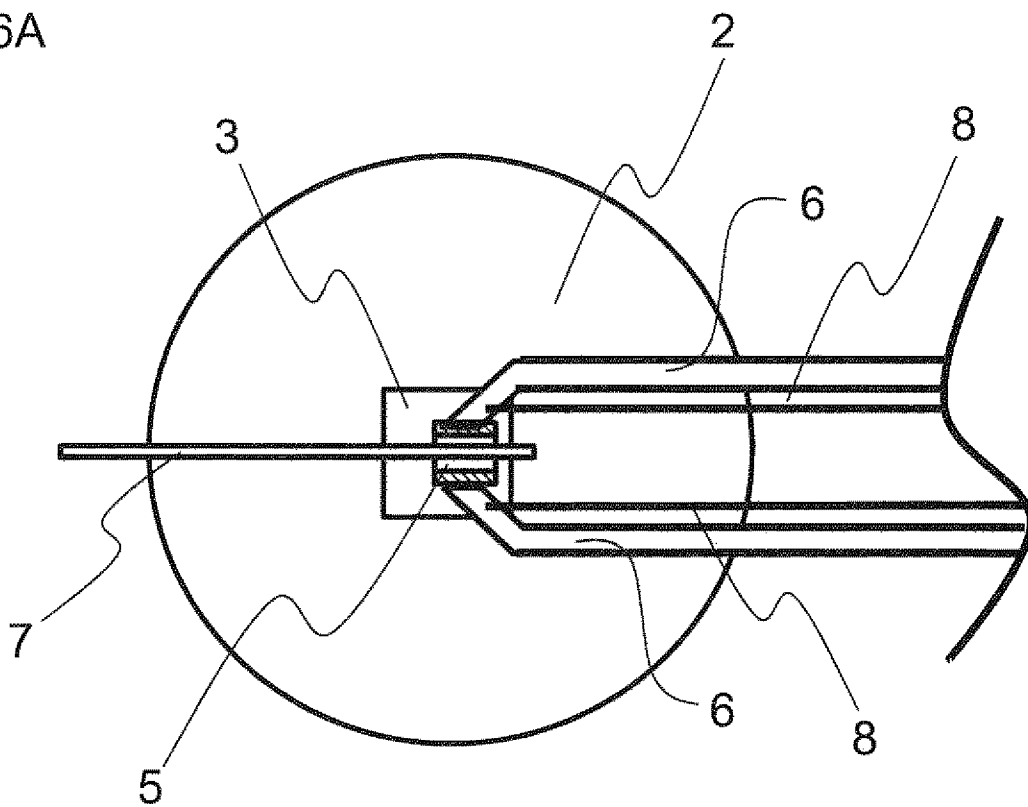


[図5]

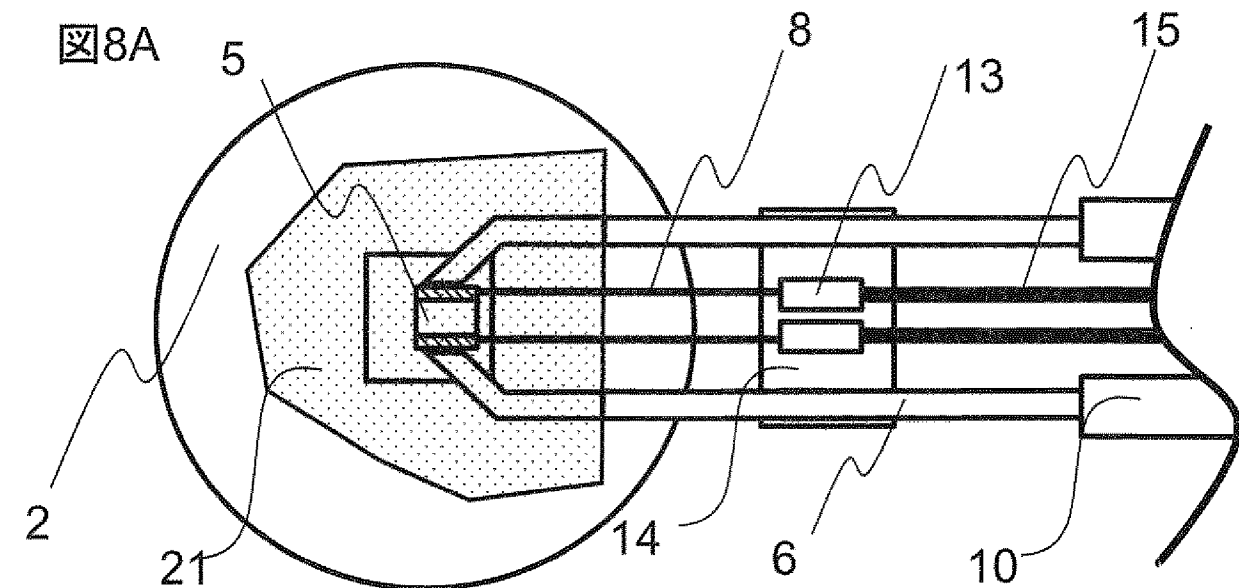


[図6A]

図6A

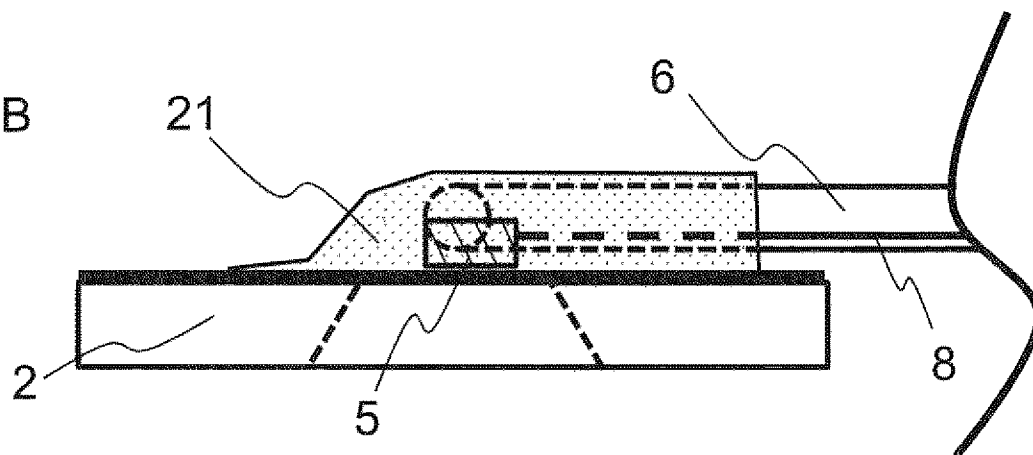


[図8A]



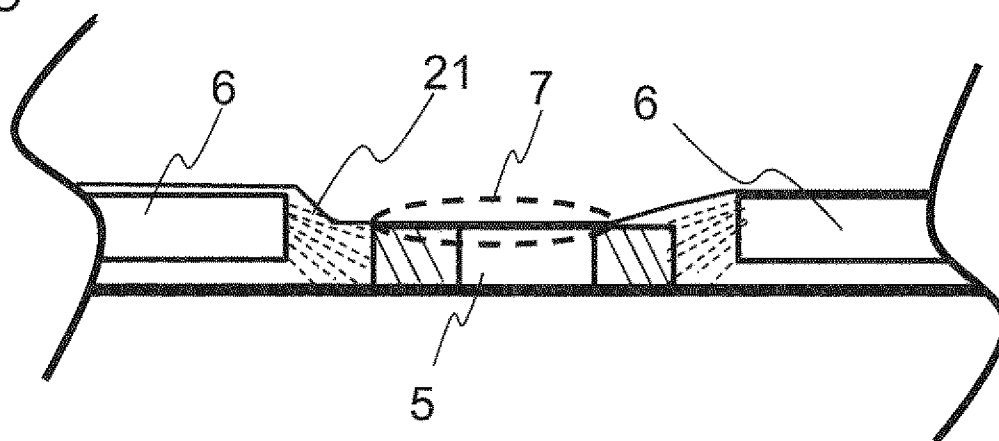
[図8B]

図8B



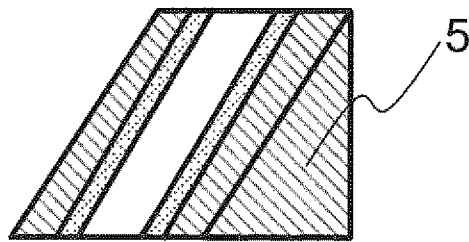
[図8C]

図8C



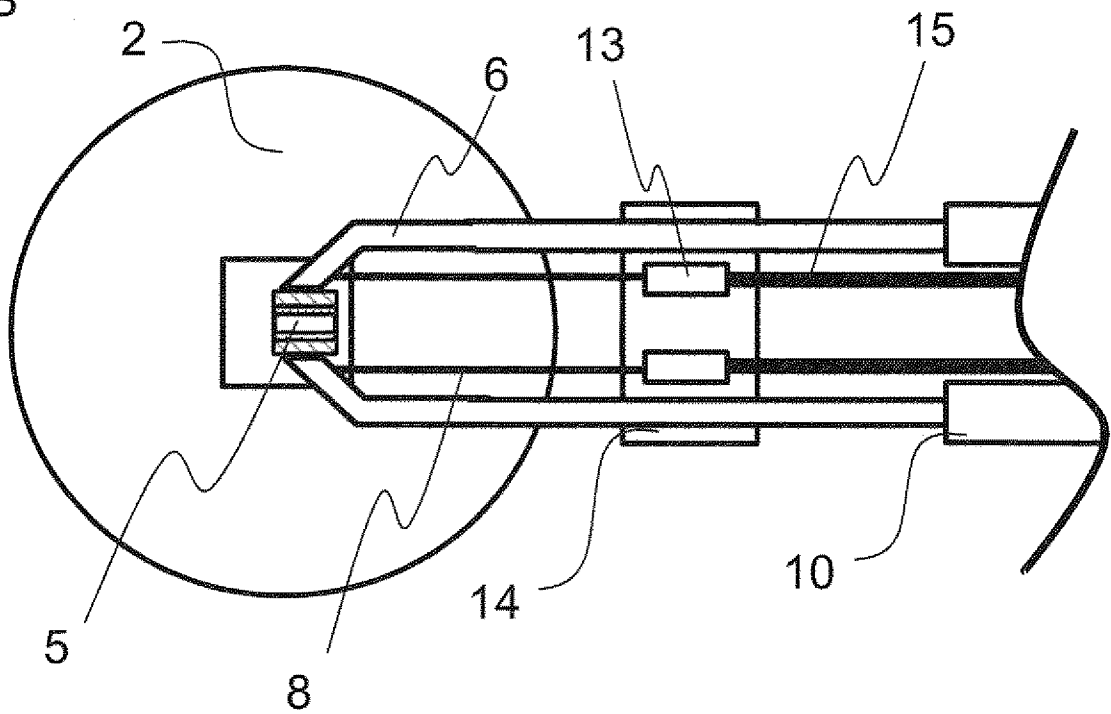
[図9A]

図9A



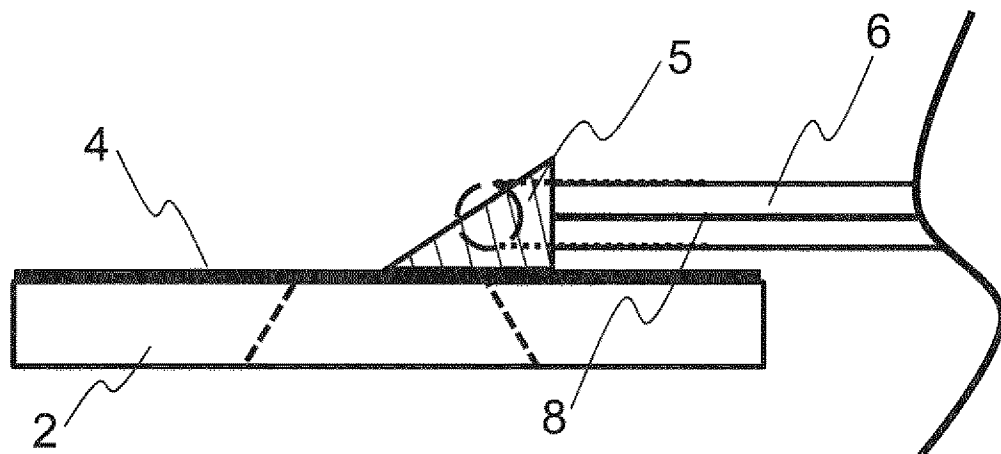
[図9B]

図9B



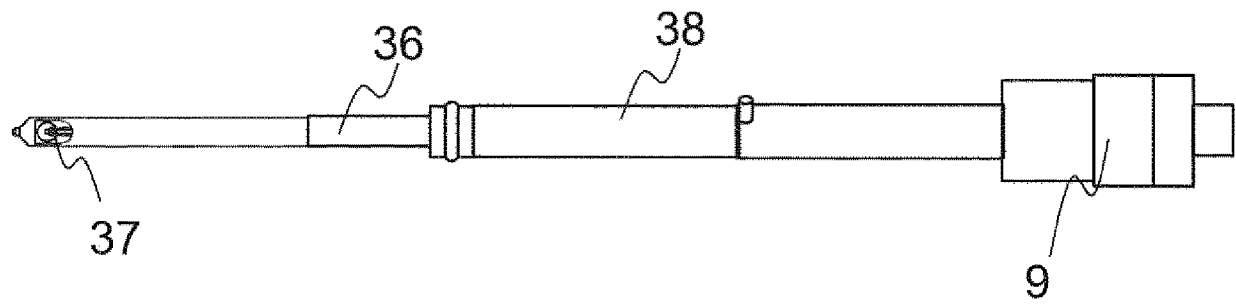
[図9C]

図9C



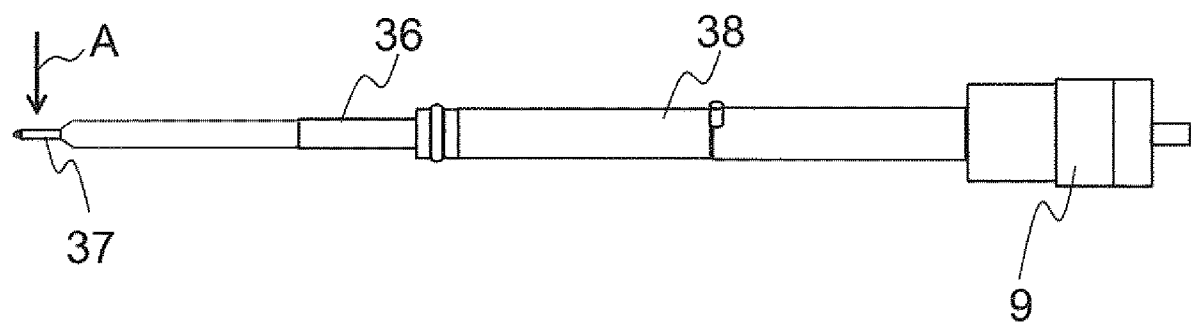
[図10A]

図10A



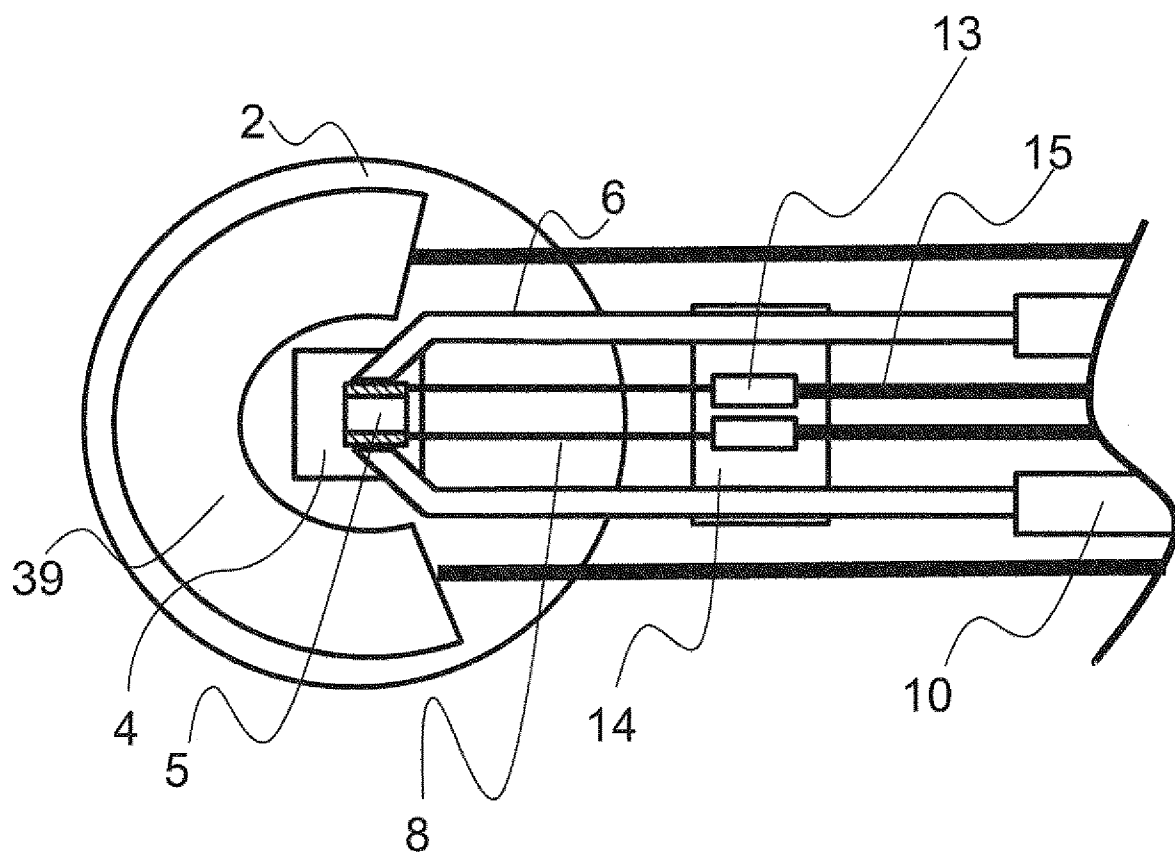
[図10B]

図10B

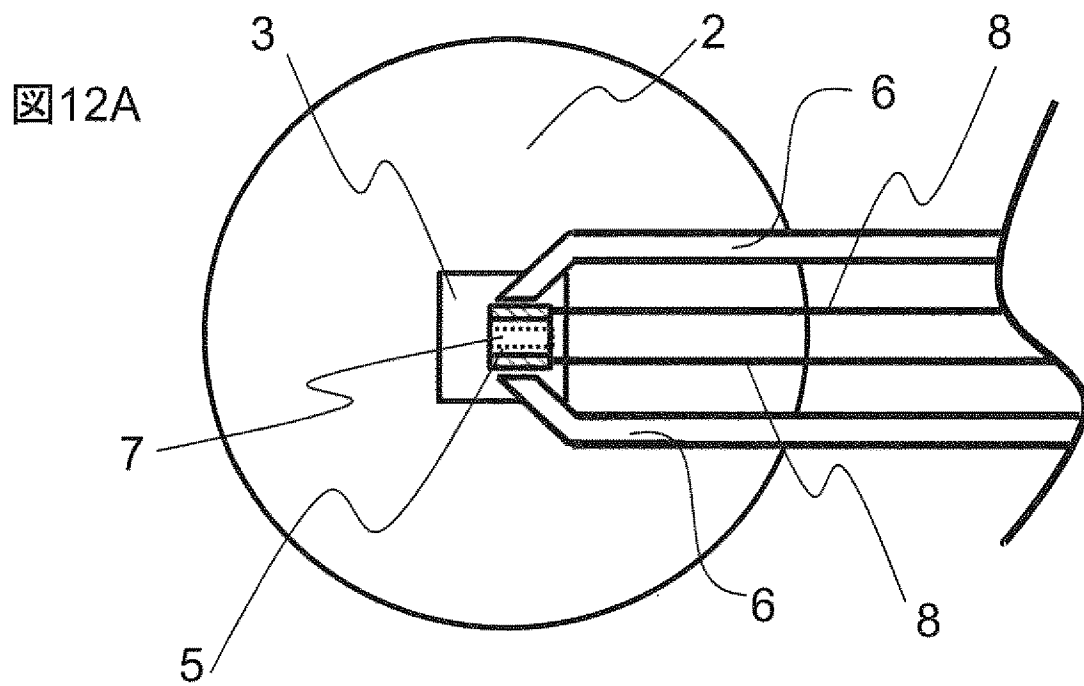


[図11]

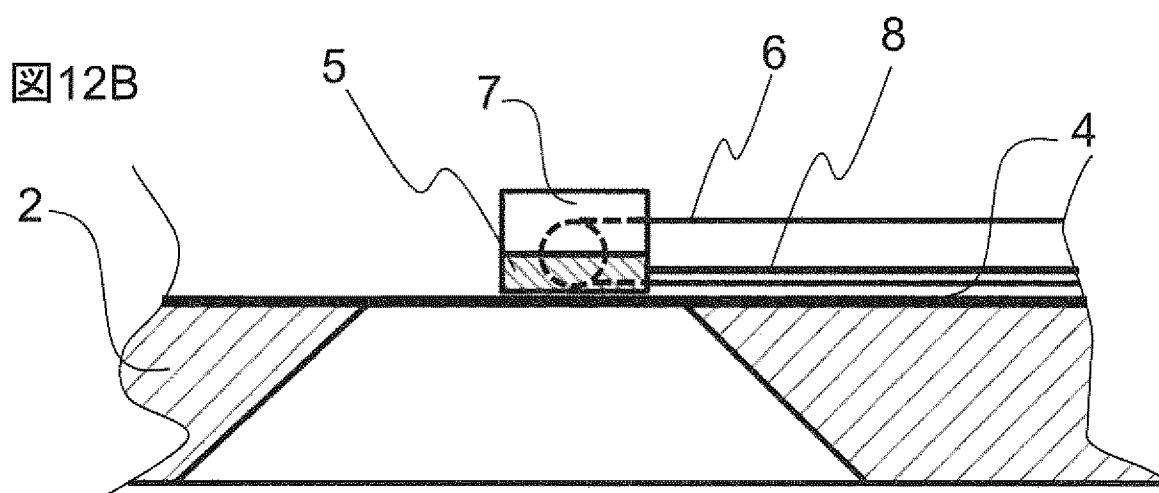
図11



[図12A]



[図12B]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/065111

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01J37/20(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)

H01J37/20

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	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

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.
A	JP 2014-102879 A (JEOL Ltd.), 05 June 2014 (05.06.2014), entire text; all drawings (Family: none)	1-12
A	WO 2016/035493 A1 (Hitachi High-Technologies Corp.), 10 March 2016 (10.03.2016), entire text; all drawings (Family: none)	1-12
A	JP 2015-52576 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 19 March 2015 (19.03.2015), entire text; all drawings (Family: none)	1-12

☒ 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
19 August 2016 (19.08.16)

Date of mailing of the international search report
30 August 2016 (30.08.16)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/065111

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2012/147632 A1 (Hitachi High-Technologies Corp.), 01 November 2012 (01.11.2012), entire text; all drawings & JP 5699207 B & US 8835847 B2 whole document & DE 112012001306 T & CN 103493171 A	1-12
A	S. Nagashima et al., In situ Liquid TEM Study for Degradation Mechanisms of Fuel Cell Catalysts during Potential Cycling Test, Microsc. Microanal. 21 (Suppl 3), 2015, p.1295- 1296, DOI: 10.1017/S1431927615007266	1-12

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. H01J37/20(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. H01J37/20

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	1971-2016年
日本国実用新案登録公報	1996-2016年
日本国登録実用新案公報	1994-2016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
A	JP 2014-102879 A (日本電子株式会社) 2014. 06. 05, 全文、全図 (ファミリーなし)	1-12
A	W0 2016/035493 A1 (株式会社日立ハイテクノロジーズ) 2016. 03. 10, 全文、全図 (ファミリーなし)	1-12
A	JP 2015-52576 A (住友電気工業株式会社) 2015. 03. 19, 全文、全図 (ファミリーなし)	1-12

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

19.08.2016

国際調査報告の発送日

30.08.2016

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

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)

佐藤 仁美

2G

4073

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
A	WO 2012/147632 A1 (株式会社日立ハイテクノロジーズ) 2012. 11. 01, 全文、全図 & JP 5699207 B & US 8835847 B2 (whole document) & DE 112012001306 T & CN 103493171 A	1 - 1 2
A	S. Nagashima et al., In situ Liquid TEM Study for Degradation Mechanisms of Fuel Cell Catalysts during Potential Cycling Test, Microsc. Microanal. 21 (Suppl 3), 2015, p. 1295-1296, DOI: 10.1017/S1431927615007266	1 - 1 2