

(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
2015年4月2日(02.04.2015)



(10) 国際公開番号

WO 2015/045476 A1

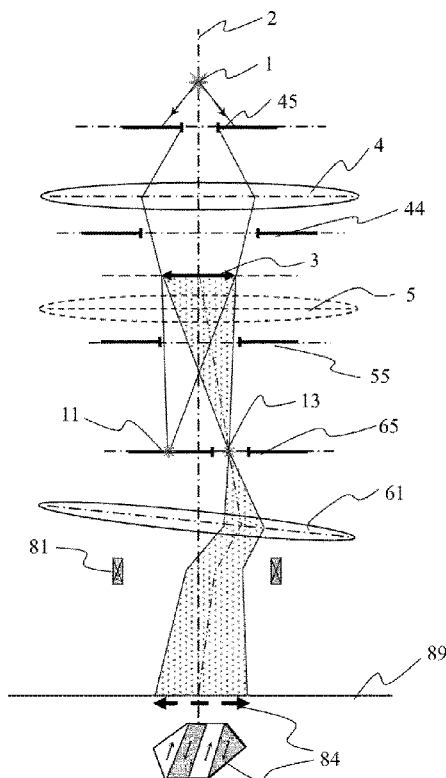
- (51) 国際特許分類:
H01J 37/295 (2006.01) H01J 37/24 (2006.01)
G01N 23/04 (2006.01) H01J 37/244 (2006.01)
H01J 37/09 (2006.01) H01J 37/26 (2006.01)
H01J 37/147 (2006.01) H01J 37/28 (2006.01)
H01J 37/153 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2014/063016
- (22) 国際出願日: 2014年5月16日(16.05.2014)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2013-202951 2013年9月30日(30.09.2013) JP
- (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2 4 番 1 4 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 松本 弘昭 (MATSUMOTO Hiroaki); 〒1058717 東京都港区西新橋一丁目2 4 番 1 4 号 株式会社 日立ハイテクノロジーズ内 Tokyo (JP). 佐藤 岳志 (SATO Takeshi); 〒1058717 東京都港区西新橋一丁目2 4 番 1 4 号 株式会社 日立ハイテクノロジーズ内 Tokyo (JP). 谷口 佳史 (TANIGUCHI Yoshifumi); 〒1058717 東京都港区西新橋一丁目2 4 番 1 4 号 株式会社 日立ハイテクノロジーズ内 Tokyo (JP). 原田 研 (HARADA Ken); 〒1008280 東京都千代田区丸の内一丁目6 番 6 号 株式会社日立製作所内 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, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS,

[続葉有]

(54) Title: ELECTRON MICROSCOPE

(54) 発明の名称: 電子顕微鏡

図6



(57) Abstract: The present invention relates to a lens-less Foucault method wherein a transmission electron microscope objective lens (5) is turned off, an electron beam crossover (11,13) is matched with a selected area aperture (65), and the focal distance of a first imaging lens (61) can be changed to enable switching between a sample image observation mode and a sample diffraction pattern observation mode, characterized in that a deflector (81) is disposed in a stage following the first imaging lens (61), and conditions for an irradiating optical system (4) can be fixed after conditions for the imaging optical system have been determined. This allows a lens-less Foucault method to be implemented in a common general-use transmission electron microscope with no magnetic shielding lens equipped, without burdening the operator.

(57) 要約: 本発明は、透過型電子顕微鏡の対物レンズ(5)をオフにし、制限視野絞り(65)に電子線のクロスオーバー(11, 13)を一致させ、第1結像レンズ(61)の焦点距離を変化させることにより、試料の像観察モードと試料の回折パターン観察モードとの切り替えを行うレンズレス・フォーコー法において、第1結像レンズ(61)の後段に偏向器(81)を配置すること、結像光学系の条件確定後に照射光学系(4)の条件を固定可能とすること、を特徴とする。これにより、磁気シールドレンズを搭載しない通常の汎用型透過型電子顕微鏡においても操作者への負担なく、レンズレス・フォーコー法が実施可能となる。



LT, 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.

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).

- (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, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称：電子顕微鏡

技術分野

[0001] 本発明は電子顕微鏡、および電子顕微鏡を用いた試料観察法に関する。

背景技術

[0002] ローレンツ顕微鏡法は、その名称のとおり、磁性材料中を透過する電子線が試料の磁化によりローレンツ力を受けて偏向される様子を観察する手法として開発された。しかし、今日では電子線の偏向状態の可視化手法として磁性材料だけでなく誘電分極や歪場など、結晶構造に起因したBragg回折とは異なる相互作用で偏向を受けた電子線の可視化手法として受け入れられている。ローレンツ法は、大別してフーコー法とフレネル法の2つの手法がある（非特許文献1）が、磁性材料で言うならば、フレネル法は磁壁を観察する手法、フーコー法は磁区を観察する手法である。

[0003] 以下、180度反転磁区構造を有する磁性材料観察を例に、フレネル法とフーコー法のそれぞれの手法を説明する。また、透過型電子顕微鏡を用いた小偏向角電子線の可視化法の他の手法の例として、電子線ホログラフィーや強度輸送方程式法、および、小角電子回折法などについても簡単に述べる。

[0004] <フレネル法>

図1は180度反転磁区構造を有する磁性試料で電子線が偏向を受ける様子を示したものである。電子線が偏向される角度は、磁化の大きさと試料の厚さに依存する。したがって、厚さが一定で磁化が均一な試料の場合、電子線の受ける偏向はどの領域でも角度が同じで、磁区構造に伴って方位・方向が異なることになる。図1に示すごとく、180度反転磁区構造を有する試料3に電子線27が入射すると、試料3を透過した電子線27は、それぞれの磁区（31、33）で逆方向に偏向を受ける。偏向を受けた電子線27は、試料下方に十分な距離だけ伝播すると、投影面24上において、180度磁壁32に該当する位置で互いに重なりあう状況と、逆に互いに離れる状況

が発生する。この投影面 2 4 上での電子線の強度の粗密を結像するのがフレネル法である。図 1 の下部に投影面上での電子線の強度分布のグラフ 2 5 を例示する。

[0005] 図 2 はフレネル法で磁性試料を観察する際の光学系の模式図である。図 2 の下部には、フレネル像 8 6 を例示する。図 2 A は、試料ではなく試料下側の空間位置 3 5 にフォーカスを合わせて観察する様子を示したもので、ちょうど磁壁 3 2 の部分が明線（白色）または暗線（黒色）のコントラスト 7 2 で観察される。同様に図 2 B に示すごとく試料上側の空間位置 3 6 にフォーカスを合わせても磁壁 3 2 の部分が逆のコントラスト 7 2 で観察される。すなわち、試料にとってはフォーカスはずして観察することによって、電子線へ偏向を与える領域の境界線が明線（白色）または暗線（黒色）で観察される。このときのフレネル像の境界線の白黒コントラストは、偏向方向の組み合わせとフォーカスの位置に依存する。また、フォーカスはずす量（デフォーカス量）は、電子線が受ける偏向の大きさに依存し、大きく偏向される場合には数百 nm 程度の小さなデフォーカス量で十分なコントラストが得られるが、例えば磁束量子の様に小さな偏向しか与えない観察対象の場合には、数百 nm ものデフォーカス量が必要となる。

[0006] <フーコー法>

図 3 は、フーコー法による磁区構造観察の光学系である。図 1 と同様に 1 8 0 度反転磁区構造を有する試料 3 を透過した電子線は、それぞれの磁区（3 1、3 3）で互いに逆方向に偏向を受け、その方向に偏向を受けた電子線は、例えば対物レンズ 5 の後焦点面 5 4（厳密には対物レンズによる光源の像面）で、その偏向角度に応じた位置にスポット（1 1、1 3）を結ぶ。そこで、対物絞り 5 5 を挿入し、観察したい磁区を透過した電子線のみを選択し像面 7 上に結像させる。例えば図 3 A では、磁区 3 1 を透過し紙面上左方向に偏向された電子線を選択した例であり、図 3 B は逆に磁区 3 3 を透過し、紙面上右方向に偏向された電子線を選択した例である。いずれにしても、選択された磁区が白色、選択されなかった磁区が黒色（電子線が来ない）で

観察され、180度反転磁区構造の場合、それぞれの磁区（31、33）がストライプ状（71、73）のフーコー像84として可視化される。

[0007] フーコー法ではインフォーカスで試料像が観察されるため高分解能観察が期待されるが、例えば、磁性材料などの場合、電子線の偏向角度は結晶性試料によるブラッグ角の1/10程度と小さいため、孔径の小さな対物絞リを使用しなければならず、得られる空間分解能は格子分解能の1/10倍程度となり、フレネル法と大きな違いはない。さらに、磁区構造観察のためのコントラストの成因は、観察しない磁区を透過した電子線の遮蔽によるものであり、一部の情報を捨てることによってコントラストを得る手法であった。そのため、例えば、結晶粒界などの様に複数の磁区に及ぶ対象を観察する場合には、対物絞りを調整し直して、逆コントラストのフーコー像を別途観察するか、対物絞りを光軸から外して通常の電子顕微鏡像を合わせて観察しておく必要があった。すなわち、複数回の観察が必要で、動的観察、実時間観察などは、ほぼ不可能であった。

[0008] 上記、フーコー法での欠点への対処方法の1つとして、図は省略するが、照射光学系において電子線バイプリズムなどを用いて試料によって偏向を受けた電子線の伝播角度をさらに偏向し、観察面上でそれぞれ異なる場所で結像させることによって、複数のフーコー像を一度に観察・記録する手法（ツイン・フーコー法）が提案されている（特許文献1）（非特許文献2）。この手法は1鏡体2画像（情報）の新しい概念を提案しているが、フーコー法実施に際して、磁気シールドレンズだけでなく、電子線バイプリズムなど従来のローレンツ電子顕微鏡に対して付加すべき条件が増えている。そのため、普及には少し時間がかかると考えられる。

[0009] <レンズレス・フーコー法>

つい最近、磁気シールドレンズを備えない通常の汎用型透過電子顕微鏡を用いてフーコー法、および小角電子回折を実施可能とする手法が開発された（非特許文献3）。レンズレス・フーコー法である。ここで言う『レンズレス』とは、対物レンズをオフとして、結像に用いないという意味である。こ

の手法の詳細については後述する。（なお、本発明は、レンズレス・フーコー法を実施するに当り、電子顕微鏡操作者の装置操作上の負担を軽減し、効果的な実験を実施するために成されたもので、レンズレス・フーコー法での光学系の制御に関するものである。）

[0010] <その他のローレンツ法>

上述のローレンツ顕微鏡法以外に、電子線の位相分布から、試料の磁区構造などを観察する手法として、電子線ホログラフィー（非特許文献4）や強度輸送方程式法（非特許文献5）などが開発されている。いずれの手法もそれぞれ利点を有しているが、電界放出型電子線など干渉性の高い電子線が必要である上、電子線ホログラフィーでは付加装置として電子線バイプリズムが必要であり、試料形状には参照波を透過させるための領域を考慮しなければならないこと、強度輸送方程式法ではインフォーカスを挟んで少なくとも2枚のデフォーカス量が既知の画像（都合3枚の画像）が必要であり、各像の倍率、位置合わせなどの調整処理が不可欠であること、など、実施に当たって煩雑さも多いのが実情である。

[0011] <小角回折法>

最近、試料中磁化による電子線の偏向角度を、回折面で回折スポットとして観察する手法が実施され始めた（非特許文献6）。この手法は電子線の小さな偏向角度を回折面で回折パターンとして（すなわち、大カメラ長の回折パターンとして）観察する手法で、1960年代に実施されていたが（非特許文献7）、その後長く忘れられた技術であった。平均的な偏向角度の情報を得るには有効な手法で、磁性素子の微細化・薄膜化などにより電子線の偏向角度が小さくなったとき、個別の素子による透過電子の微小な偏向角度を検出するよりも、平均的ではあるが電子線の照射領域全体から受ける透過電子線の偏向角度を回折面で検出する方法として見直されているものである。

[0012] 主な観察対象と加速電圧300kVの電子線が受ける偏向角度、および観察に要するカメラ長を表1にまとめる。

[0013]

[表1]

表 1 300kV電子線が受ける偏向角度と観察に必要なカメラ長

観察対象	電子線の偏向角度 (rad)	観察に必要なカメラ長(m)
結晶 (Bragg回折)	10^{-2}	10^0
長周期構造	10^{-3}	10^1
磁性体 (磁区)	$10^{-4} \sim 10^{-5}$	$10^2 \sim 10^3$
誘電体 (誘電分極)	$10^{-5} \sim 10^{-6}$	$10^3 \sim 10^4$
金属超伝導体磁束量子	$10^{-6} \sim 10^{-7}$	$10^4 \sim 10^5$
高温超伝導体磁束量子	10^{-7} 以下	10^5 以上

[0014] <フーコー法と小角回折法>

上記、フーコー法を最適に実施するためには、回折面で角度制限絞りを適切に用いる必要がある。例えば、加速電圧300 kVの電子線で容易に透過可能な50 nmの厚さの磁性材料（磁化1T（テスラ））の場合、磁気による偏向角度はおおよそ 2×10^{-5} radとなり、結晶によるブラッグ回折角よりも3桁近くも小さな角度となる。そのためフーコー法では、その結像精度を上げるためには、自ずから小角回折法が実現できなければならない。すなわち、小角回折に対応した大カメラ長の回折パターンとなる様に光学系を構築する（回折パターンを拡大できる光学系とする）必要がある。その上で、回折パターンの回折面と角度制限絞りの挿入面が一致している必要がある。

[0015] 上記では、ローレンツ法を透過型電子顕微鏡による磁性材料観察手法として説明したが、前述のとおり観察対象は磁性材料に限るものではない。とりわけ、小偏向角の電子線を可視化する、もしくは結像するという観点に置いては、生物試料、有機系試料などに対する位相差電子顕微鏡法とも共通する技術的側面を持っている。

先行技術文献

特許文献

[0016] 特許文献1：W02013／046277A

非特許文献

[0017] 非特許文献1：J. N. Chapman, J. Phys. D., Appl. Phys., 17, 623 (1984).

非特許文献2：K. Harada, Appl. Phys. Lett., 100, 061901 (2012).

非特許文献3: Y. Taniguchi, A. Matsumoto and K. Harada, Appl. Phys. Lett., 101, 093101 (2012).

非特許文献4: A. Tonomura, J. Electron Microsc., 33, 101 (1984).

非特許文献5: K. Ishizuka and B. Allman, J. Electron Microsc. 54, 191 (2005).

非特許文献6: T. Koyama, et al., AIP Advances, 2, 012195 (2012).

非特許文献7: R. H. Wade, Phys. Stat. Sol., 19, 847 (1967).

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0018] 磁気シールドレンズを搭載しない通常の汎用型透過電子顕微鏡においてローレンツ法、特にフーコー法を実現するレンズレス・フーコー法においては、対物レンズをオフとした状態で、試料透過電子線に角度制限絞りを適用しなければならず、電子光学系の使用条件に関しては、例えば、観察条件確定後は照射光学系は変更しないこと、試料の像観察モードと試料の回折パターン観察モードとの切り替えを再現性よく実現すること、その切り替え時には照射光学系に変更を加えないこと、など、従来の観察法よりも制約が多くなり、当該電子顕微鏡操作者の操作時の負担が増加する傾向にあった。

[0019] フーコー法では、結像に寄与させない回折スポットについての情報を得るためには、手順として光学系を回折パターン観察モードとした後、回折パターンを確認して角度制限絞りを適正に挿入し、光学系を像観察モードに切り替えてフーコー試料像を観察・記録し、再び光学系を回折パターン観察モードにし、先の観察とは別なる回折スポットを角度制限絞りに適正に取り込み、再び光学系を像観察モードとしてフーコー像を観察・記録し、さらに光学系を回折パターン観察モードとし・・・という具合に、複数回の実験を繰り返さなければならない。このような実験状況では、当該電子顕微鏡の操作時の負担軽減は、質の高い実験を実施する上で、重要なファクターであった。

課題を解決するための手段

[0020] 本発明は、レンズレス・フーコー法を実施するに当り、当該電子顕微鏡操作者の操作時の負担軽減のために、実施される制御手法、制御条件などに関するもので、例えば、レンズレス・フーコー法では、観察条件を確定させた後には照射光学系を変更させてはならないが、照射レンズの条件固定操作を導入することによって、照射光学系の使用条件の確定後の誤操作を防止するとともに、光学系の観察モードの切り替えに際して、結像レンズの励磁条件をメモリすることにより、その切り替え直後のレンズ条件を前回のそのモードでの最後の観察条件に一致させる、などの制御手法を実施する。これにより、電子顕微鏡操作者への負担なく、レンズレス・フーコー法が実施可能である電子顕微鏡、あるいは観察手法を提供する。

発明の効果

[0021] 本発明により、汎用型透過電子顕微鏡を用いて対物レンズをオフにするだけで何らの付加装置を必要としないレンズレス・フーコー法の実施にあたり、例えば、誤操作による光学系再調整の手間の発生を減らし、当該電子顕微鏡操作者の操作時の負担を従来の電子顕微鏡操作と同じ程度に軽減できる。すなわち、レンズレス・フーコー法が簡便に実施可能となる。さらに、実施の簡便さは、実験実施中の光学系の再調整に要する時間の短縮、光学系調整の精度向上、再現性の向上などの効果を生み、フーコー法では原理的に発生する回折スポットを変更した複数画像の観察実験を容易ならしめ、実験データ（フーコー像）の精度を向上させ、実験そのものの信頼性を向上させる。

図面の簡単な説明

[0022] [図1]ローレンツ顕微鏡法、特にフレネル法の原理を説明する模式図である。
[図2]ローレンツ顕微鏡法（フレネル法）を説明する模式図である。
[図3]ローレンツ顕微鏡法（フーコー法）を説明する模式図である。
[図4]レンズレス・フーコー法におけるフーコー像観察を説明する模式図である。
[図5]レンズレス・フーコー法における小角回折パターン観察を説明する模式図である。

[図6]レンズレス・フーコー法において第1結像レンズ下に偏向器を導入することを示す模式図である。

[図7]本発明に基づく電子顕微鏡の構成例を示す模式図である。

[図8]本発明に基づく電子顕微鏡のコントロールパネルの1例を示す模式図である。

[図9]本発明に基づく電子顕微鏡のコントロールパネルの別なる例を示す模式図である。

[図10]本発明のフーコー像を観察する電子顕微鏡全体の光学系を示す図である。

[図11]本発明の小角回折パターンを観察する電子顕微鏡全体の光学系を示す図である。

[図12]レンズレス・フーコー法においてEELSを併用してエネルギースペクトルを計測する例を示す図である。

[図13]レンズレス・フーコー法においてEELSを併用してエネルギー損失電子による像を観察することを示す図である。

[図14]レンズレス・フーコー法とEELSとの併用により、電磁偏向を受けなかった電子線のエネルギー損失電子による像を観察することを示す図である。

[図15]小角回折パターン観察法とEELSとの併用により、エネルギースペクトルを計測する例を示す図である。

[図16]対物絞りが結像に寄与する電子線の空間範囲を制限する光学系の1例を示す図である。

[図17]STEM用照射絞りが試料を照射する電子線の量などを制限することを示す図である。

[図18]制限視野絞りに代わり電子線バイプリズムを用いてレンズレス・フーコー法を実施する場合の光学系を示す図である。

[図19]レンズレス・フーコー法による180度磁区構造のフレネル像の実験例である。

[図20]レンズレス・フーコー法による180度磁区構造のフーコー像の実験

例である。

[図21] レンズレス・フーコー法による180度磁区構造の小角回折パターンの実験例である。

[図22] レンズレス・フーコー法による90°/180度磁区構造のフレネル像と小角回折パターンの実験例である。

[図23] レンズレス・フーコー法による90°/180度磁区構造の磁壁と対応する小角回折パターンの実験例である。A：180度磁壁。B：90度磁壁。C：Bとは別の90度磁壁。

発明を実施するための形態

[0023] 本発明は汎用型電子顕微鏡において対物レンズを用いずにフーコー法を実施できるレンズレス・フーコー法において、その試料の像を観察する光学系と試料の回折パターンを観察する光学系の構築、切替などにおいて、電子顕微鏡操作に有効な操作方法、光学系の調整方法、それらによる実験手法について成されたものである。まず、はじめにレンズレス・フーコー法（非特許文献3）について説明する。

[0024] <レンズレス・フーコー法>

レンズレス・フーコー法は、ローレンツ電子顕微鏡による磁気シールド対物レンズを用いることなく、汎用型電子顕微鏡を用いてフーコー法を実現できる光学系として開発されたものである。通常のフーコー法では、磁気シールド対物レンズにより試料を透過した電子線のクロスオーバーが対物絞り面上に結像され、電子線の偏向角度分離は対物絞り孔のサイズ、挿入位置によって制御される。一方、レンズレス・フーコー法においては、対物レンズはオフとし（したがって、試料は磁場に浸漬されない）、対物レンズに代わって照射光学系によって通常の場合の制限視野絞り面（通常の場合の対物レンズによる試料の像面）に、試料を透過した電子線のクロスオーバーを結像させる。そして、制限視野絞りを用いて、電子線の偏向角度分離を実施する。回折パターンを観察するための結像系の使用方法是、通常の場合の試料像を観察する時と同じであり、試料の像を観察する場合は、結像光学系に属する

レンズのいずれかの使用条件を弱励磁として試料の像にフォーカスを合わせる。これら2つの光学系を図4と図5に示す。図4は試料のフーコー像の観察光学系、図5は試料の回折パターンの観察光学系である。なお、この回折パターン観察光学系は小角回折観察に有効な光学系である。これについても後述する。

[0025] レンズレス・フーコー法では、図4に示すごとく、照射光学系4により、制限視野絞り65の位置にクロスオーバー（11、13）を一致させる。この結果、制限視野絞り65の位置が試料3の回折パターン観察位置、すなわち逆空間となり、制限視野絞り65を対物絞り55のごとく角度制限絞りとして利用することが可能となる。本来、照射光学系は、試料を照射する電子線の照射範囲と照射電子線の角度広がり制御することを目的として、結像光学系とは独立した操作を基本としている。しかし、レンズレス・フーコー光学系では、照射光学系は試料下部の厳密に定められた位置にクロスオーバーを作成する役割を担っており、照射光学系の作用を結像光学系に寄与させる光学系と考えることができる。

[0026] 試料の像を観察する際は、図4に示すごとく対物レンズ5の下第1結像レンズ61によって結像する。第1結像レンズの作用は、磁束量子観察時などと同様に縮小結像である。第2結像レンズ以降の結像系によって試料の拡大像を得るが、最大倍率は通常の4段結像光学系（結像レンズ3段＋投射レンズ1段）で1万倍程度となる。制限視野絞りを角度制限絞りとして電子回折パターン中の適切な位置に配置するためには、回折パターンを拡大した状態、すなわち大カメラ長で観察する必要がある。

[0027] 図5に、回折パターン観察時の光学系を示す。図4の試料の像の観察時と比較して、第1結像レンズ61を強く励磁し、制限視野絞り65の位置を拡大して第2結像レンズ以降の結像系に伝播させる光学系である。試料3の位置から制限視野絞り65の位置までの距離が、電子線が直接伝播することにより得られるカメラ長に該当する。この距離は通常の透過型電子顕微鏡でおよそ100～200mmであり、さらに後段の結像光学系によって拡大（1万倍程度

）することが容易であるため、結果としてキロメートルオーダーの大カメラ長を得ることが可能である。この値は、従来の透過型電子顕微鏡のカメラ長の3～4桁大きな値である。すなわち、レンズレス・フーコー光学系は、小角電子回折パターン観察についても有効な光学系である。

[0028] なお、照射光学系を結像作用に用いるため、試料への照射領域の調整自由度に制限が生じる。対策として最も簡便な方法は、照射光学系の絞り45に適切なサイズのものを選択して使用することである。さらに詳細な操作が必要な場合は、対物絞り55や走査透過型電子顕微鏡（STEM）モードが用意されている顕微鏡においてはSTEM用照射絞り44を利用することが可能である。図4、5には、それぞれの絞りも記載している。これらの絞りの利用方法については、以下の実施例の中で述べる。

[0029] さらに、照射光学系は複数の電子レンズで構成されているのが一般的であるが、これらの電子レンズ系をうまく調整すれば、試料への電子線の照射領域や照射角度を連続的に変更することも可能である。また、回折パターン観察時の結像光学系への視野制限（照射領域ではないことに注意されたい）に付いては、従来の対物絞りを代用することも可能である。

実施例 1

[0030] 本発明は、磁区構造観察のための付属器（例えば磁気シールドレンズなど）を備えない汎用型透過電子顕微鏡においてフーコー法を実現する手法に関するもので、試料への磁場の影響を排除するため電流をオフとした対物レンズに代わり、照射光学系により制限視野絞り位置にクロスオーバーを結像するとともに、同絞りにより磁気偏向を受けた電子線を取捨選択し、後段の結像光学系によってフーコー像として結像し観察する方法である。偏向を受けた電子線の小角回折パターン観察とフーコー像観察は、対物レンズ下の第1結像レンズの焦点距離を変更することによって実現し、このときの光軸のずれは、第1結像レンズ下の偏向器によって補正する。

[0031] 図6に第1の実施例として、本発明の代表的な光学系を示す。図4と同様のレンズレス・フーコー光学系を示す図であるが、偏向器81を第1結像レ

ンズ61の下に備えていること、および第1結像レンズ61を透過する電子線のずれを偏向器81により補正する様子を示している。第1結像レンズ61が光軸2からずれていることを強調するため第1結像レンズ61を傾けて描いているが、実際にはこのように機械的に傾いているわけではない。

[0032] また、図6においては、偏向器は小さなコイルのごとく描いているが、これも作図の都合によるもので、偏向器は従来の偏向器と同様に、光軸を軸とした同心筒状の磁性体に、同磁性体を軸として縫うように周回に巻かれた複数のコイルから構成されている。そして、光軸に垂直な平面内で、直交する2方向に電子線を偏向させることが可能である。すなわち、図6に図示した紙面内左右の方向だけでなく、紙面垂直方向にも電子線を偏向させることが可能である。

[0033] 汎用型の透過型電子顕微鏡、とりわけ高分解能電子顕微鏡では、光学系の調整は対物レンズの光軸を中心として、他のレンズ系を対物レンズの光軸に一致させるよう調整される。これは球面収差など試料の像質に最も影響を与える対物レンズを最優先した調整方法であり、本発明で用いる電子顕微鏡はこの調整が実施されていることを前提としている。そのため、対物レンズをオフとした場合には、試料をはじめに結像する第1結像レンズを優先した光軸調整が実施される様に、第1結像レンズ下に偏向器を配置し、全体の光学系調整の中心とするものである。

[0034] 試料のフーコー像観察モード（図4あるいは図6）と試料の小角回折パターン観察モードの光学条件として、第1結像レンズの焦点距離だけでなく、それぞれの場合の偏向器（偏向系）の使用条件も合わせて記録し、簡単な操作で切り替えられる様に電子顕微鏡のシステムが構成されていれば、操作者は特別な負荷を受けることなくフーコー像と小角回折パターンを観察することが可能となる。

[0035] 図7は、本発明を実施するための光学系を持つ電子顕微鏡の構成例である。加速電圧100kVから300kVの汎用型透過電子顕微鏡を想定して描いているが、本発明における電子顕微鏡の構成要素は、この図のものに限定

するものではない。

[0036] 図7の電子軌道27は、フーコー像観察モードを想定して描いている。そのため、対物レンズ5はオフとし、オフであることを示すために破線で描いている。電子源1から射出した電子線27は加速管40で所定の電圧で加速され、照射光学系(41、42)で試料3上に照射される。例えば高分解能観察など通常の観察法では、クロスオーバー(光源の像)は試料の上方に結ばれるが、レンズレス・フーコー法では、試料3下方の制限視野絞り65の位置にクロスオーバーが結ばれている。試料3は180度磁区構造を持つ磁性体を想定し、クロスオーバーが2つのスポットに分離している様子を描いている。制限視野絞り65にて特定の角度範囲に選択・抽出された偏向電子線は第1結像レンズ61を透過後、偏向器81により光軸2上を伝播するよう調整され、後段の結像レンズ系(62、63、64)を経た後、観察・記録面89にフーコー像84を結ぶ。なお、図7では図示の煩雑を避けるため、照射光学系の絞り、対物絞り、STEM用照射絞りなどを描いていない。これらについては、それぞれ後の実施例にて説明する。

[0037] 観察・記録面89に結像されたフーコー像84は、TVカメラやCCDカメラなど観察記録媒体79を通して画像データとして取得され、制御ユニット78を介して演算処理装置75に送られて画像表示装置76に出力される。処理前後の画像データは、例えば、画像記録装置77などに記録される。しかし、本願はこの構成に限定するものではない。また、観察記録媒体79としては、電子顕微鏡用写真フィルムを用いることも可能であるが、この場合には別途画像データのデジタル化処理が必要となる。近年はTVカメラやCCDカメラの方が一般的になってきているため、TVカメラやCCDカメラを想定した説明を行ったが、画像データの取り扱いに関して図7の構成に限定するものではない。

[0038] 図7では、電子銃の制御ユニット19、加速管の制御ユニット49、第1照射レンズの制御ユニット48、第2照射レンズの制御ユニット47、試料の微動機構などの制御ユニット39、対物レンズの制御ユニット59、制限

視野絞りの制御ユニット 87、第1結像レンズの制御ユニット 69、偏向器の制御ユニット 88、第2結像レンズの制御ユニット 68、第3結像レンズの制御ユニット 67、投射レンズの制御ユニット 66、観察・記録面 89、観察記録媒体 79、観察記録媒体の制御ユニット 78、演算処理装置 75、画像記録装置 77、画像表示装置 76、電子顕微鏡装置全体の制御系コンピュータ 51、制御系のモニタ 52、制御系のコントロールパネル 53が描かれているが、電子顕微鏡装置・システムについても、これらに限るものではない。

[0039] さらに、実際の装置では図7に示した構成要素以外に、電子線の進行方向を調整する偏向系、電子線の透過領域を制限する絞り機構などが存在する。しかし、これらの装置は、本発明には直接的な関係が無いので図7では省略している。また、図7の電子光学系は真空容器18中に組み立てられ、真空ポンプにて継続的に排気されているが、真空排気系についても本発明とは直接の関係が無いため省略する。このような省略は、必要に応じて本願のどの図においても同様である。

実施例 2

[0040] 図8に本発明で用いる制御系のコントロールパネルの1例を示す。コントロールパネル 53上には、通常、試料微動つまみ（X方向とY方向の水平2方向：531X、531Y）、倍率調整つまみ 532、照射領域調整つまみ 533、照射系偏向調整つまみ 534、フォーカス調整つまみ 535、などが配置されている。これらは、電子顕微鏡操作時に使用頻度の高いもので、制御系コンピュータで制御する電子顕微鏡であっても、操作者の操作負荷低減のため、コントロールパネル上に設置されているものである。

[0041] 上記つまみなどに加えて、本発明におけるコントロールパネル 53では、照射光学系の調整停止手段 539とその停止解除手段 538が付加されている。レンズレス・フーコー法では、先述のとおり、照射光学系を用いてクロスオーバーを試料下側の絞り（従来の電子顕微鏡では制限視野絞り）位置に結ばねばならない。このため照射光学系は、結像光学系の条件確定後は、結

像光学系と同様に条件を固定し変更してはならない。しかし、通常の電子顕微鏡では、照射光学系は上述のとおり、試料に照射する電子線の照射領域、照射角度などを調整するために、他の操作とは独立かつ優先して操作可能となっている。そのため、レンズレス・フーコー法においては、結像光学系の条件確定後に、照射光学系を誤って操作してしまい、光学系全体の調整をやり直さなければならないことがたびたび発生する。

[0042] そこで上記の誤操作を防止するために、簡単な操作で照射光学系の変更を停止し、次なる操作で停止した照射光学系の調整を再開させる手段を設けたものである。これにより、電子顕微鏡操作者は、特別な負担無くレンズレス・フーコー法による観察を実施できる。なお、図8では照射光学系の調整停止手段539、停止解除操作手段538を、それぞれボタンの形状をした操作部として描いているが、この操作方法、操作部形状に限定するものではない。

実施例 3

[0043] 図9に本発明で用いる制御系のコントロールパネル53の実施例2とは異なる例を示す。コントロールパネル53の形状、照射光学系の調整停止手段539、停止解除操作手段538を含む他の制御つまみ類（531X、531Y、532、533、534、535）は図8と同様である。これらに加えて図9では、コントロールパネル53上に観察モードの切り替えつまみが付加されている様子を描いている。従来の電子顕微鏡のコントロールパネル53上には、像観察モード、低倍率像観察モード、回折パターン観察モードなど、簡単な操作でそれぞれの観察目的に応じた光学系を構築するための手段（順に527、528、529）が設けられている。

[0044] 上記つまみなどに加えて、本発明におけるコントロールパネル53では、レンズレス・フーコー法でのフーコー像観察モードのための光学系を構築する手段536と小角回折パターン観察モードのための光学系を構築する手段537が付加されている。この手段により、例えば図4と図5の2つの光学系を、簡単な操作で切り替えることが可能となる。この際それぞれのモード

において、電子線の伝播が光軸に沿うよう偏向器により調整されることは言うまでも無い。

[0045] 上記フーコー像観察モードと小角回折パターン観察モードの切り替え手段の設置により、電子顕微鏡操作者は、特別な負担無くレンズレス・フーコー法による観察を実施できる。なお、図9では、フーコー像観察モードのための光学系を構築する手段536と小角回折パターン観察モードのための光学系を構築する手段537を、それぞれボタンの形状をした操作部として描いているが、この操作方法、操作部形状に限定するものではない。

実施例 4

[0046] 図10にフーコー像観察モードの1例となる電子顕微鏡全体の光学系、図11に小角回折パターン観察モードの1例となる電子顕微鏡全体の光学系をそれぞれ示す。第1結像レンズ61から上方は、それぞれ図4、図5と同様であるが、図10と図11では、第2結像レンズ62より後段の電子レンズ(62、63、64)と、照射光学系の絞り45、STEM用照射絞り44、対物絞り55、そして制限視野絞り65を明記している。実施例3で述べた、モード切替による光学系の切り替えは、図10と図11の切り替えに該当する。

[0047] 上記モード切替に際して、フーコー像観察モードでは像の倍率、小角回折パターン観察モードではカメラ長の選び方に任意性がある。すなわち、モード切替を主に受け持つレンズが第1結像レンズであるのに対して、倍率、あるいはカメラ長を主に受け持つレンズは第3結像レンズであるため、モードを切り替えた時に、どのような倍率、カメラ長を選択するか、つまり第3結像レンズの条件を決めねばならない。そのため、本発明においては、前回にそのモードを観察していたときの最後の倍率、もしくは最後のカメラ長に戻る様に制御する。そして、その戻った元の状態から新たに、倍率やカメラ長をそのときの観察状態に見合った値に修正する。このような操作を繰り返して、最終的に操作者が希望する観察条件に到達する。

[0048] 上記モードにおけるそれぞれのレンズ条件、偏向器の動作条件などは、制

御系コンピュータにメモリされ、必要に応じて、前回、或いは過去の操作条件が直ちに再現できる。

[0049] また、レンズ条件、偏向器の動作条件とは、それぞれの電子レンズ、偏向器のコイルに流す電流によって制御されることが多いが、図10、図11に示すごとく、絞りの位置、孔径もレンズレス・フーコー法においては重要な観察条件となる。例えば、図10、図11では、照射光学系の絞り45が試料3への電子線照射領域を定めている様子を示している。すなわち、上記モード切替において、照射光学系の絞り45は、その位置や孔径を変更しないことを制御の基本とする。

[0050] フーコー像観察モードでは像の倍率変更、小角回折パターン観察モードではカメラ長変更の際には、モード変更を受け持つ第1結像レンズではなく、他の結像レンズがこれを受け持つが、主には、第3結像レンズが受け持つ光学系構成となる。各倍率、各カメラ長での全レンズ、全偏向器の動作条件はメモリされており、それぞれの場合にその該当するレンズデータ等を読み出し、光学系を構築すればよいが、試料の位置は、試料を入れ替えたり、試料を傾斜させて観察方位を変更した場合には、事前にメモリした条件からずれる。このずれは、最初に光学系を調整する操作段階で、第1結像レンズにより微調整されている。そのため、上記、第3結像レンズによる倍率、あるいはカメラ長変更時においても、第1結像レンズのレンズ条件、すなわち焦点距離は変更されない。第3結像レンズなど、他の結像レンズのレンズ条件変更に伴って、第1結像レンズの条件にも修正が必要であるが、それは微小な量と判断されるので、第3結像レンズなど他の結像レンズの焦点距離が変更される場合でも、第1結像レンズの焦点距離は変更されない。

実施例 5

[0051] 例えば、図8、図9に示したコントロールパネル上のフォーカス調整つまみは、試料の像のフォーカス調整、試料の回折パターンのフォーカス調整を受け持つつまみであるが、実際に制御している電子レンズはモードにより異なっている。例えば、像観察モードでは対物レンズの焦点距離の変更である

のに対して、低倍率像観察モードでは第1結像レンズあるいは第2結像レンズ（光学系による）の焦点距離の変更であり、回折パターン観察モードでは第1結像レンズの焦点距離の変更などである。これは『見ている対象に対するフォーカス調整』という意味を持たせたコントロールパネル使用法として、電子顕微鏡操作者はどのレンズを調整するのかを意識することなく、見ている対象（像または回折パターン）にのみ集中して調整を実施できる。

[0052] 本発明においても、フーコー像観察モードでは第1結像レンズを、小角回折パターン観察モードでも第1結像レンズをフォーカス調整つまみにて、操作可能とする。これにより、レンズレス・フーコー法においても、電子顕微鏡操作者はどのレンズを調整するのかを意識することなく、負荷なく効率的な観察実験の遂行が可能となる。

実施例 6

[0053] 図12、図13、図14、図15は、本発明におけるフーコー像観察モード、或いは小角回折モードにおいて、エネルギー分析器を併用する場合の装置の利用に関して示すものである。エネルギー分析器としては、電子エネルギー損失分光器（EELS）を想定しているが、透過型電子顕微鏡と併用可能なものであれば本発明の方法は実施可能であり、電子エネルギー損失分光器（EELS）に限定するものではない。

[0054] 図12は、フーコー像84を結像する電子線をEELS95に導入し、電子線のエネルギースペクトル98を計測する様子を示したものである。特定の偏向角を持った電子線のみによるエネルギースペクトル98が得られる。すなわち、例えば、電子線のある決まった方向に偏向する作用を持つ特定の磁区にある元素が偏析している場合、その元素種と偏析の事実について知ることができる。この方法によって磁区ごとのスペクトルを計測することが可能となり、磁区構造と元素分布との関連について知見を得ることが可能となる。図12では、電子顕微鏡でフーコー像を結像した後に、EELSに導入する光学系を示している。

- [0055] 図13はフーコー像84を結像する電子線をフーコー像84を結像した後にEELS95に導入する点は図12と同じであるが、EELSの電子光学系97を利用してエネルギー損失電子による像99を観察する例である。フーコー光学系において電子線の偏向角度を可視化したのち、電子線のエネルギー分布が可視化される。すなわち、磁区構造だけでなく、偏析された元素の磁区内での分布密度などが可視化される。
- [0056] 図14は偏向を受けなかった電子線をフーコー像85として結像した後、EELS95に導入してエネルギー損失電子による像96を観察する例である。例えば、試料3中に非磁性粒がある場合、フーコー像85としてその粒の同定が可能だけでなく、エネルギースペクトル98からはその粒内の元素種、エネルギー損失電子による像96からは非磁性粒中の特定元素の分布に関する知見を得ることができる。
- [0057] 図15は電子顕微鏡で小角回折パターン82を結像した後に、特定の回折スポット（図15ではクロスオーバー11）をEELS95に導入する例である。図15では、エネルギースペクトル98を計測する例として描いているが、EELSの電子光学系97の使い方によって、エネルギー損失電子による像99を観察することも可能である。得られる知見やその特徴は、図12から図14で述べたものと同様である。回折パターン82中の回折スポット（11や13など）をEELS95に取り込むため、偏向器81を作用させている様子を図示している。なお、偏向器81は図6に示したものとは異なる2段構造のものを例示しているが、これに限定するものではない。
- [0058] 以上、図12から図15で説明したレンズレス・フーコー法とエネルギー分析器との併用は、観察・計測したい対象とその時の偏向角度分布などによって、用いる光学系とその組み合わせ方が異なる。実験条件に合わせて、最適な組み合わせの実験を実施すればよい。

実施例 7

- [0059] 図16にフーコー像観察モードの図10とは別なる電子顕微鏡全体の光学系の例を示す。図16でも、電子線による試料3の照射範囲が、照射光学系

の絞り４５により定められている点は、図１０と同じであるが、試料透過後にクロスオーバー（１１、１３）を結ぶ電子線は、対物絞り５５により空間範囲が定められている点が図１０と異なっている。図１６の場合、対物絞り５５は、通常の電子顕微鏡の場合の制限視野絞りと同様の作用を果たしている。すなわち、試料後段の結像レンズ系（６１、６２、６３、６４）に導入される電子線の空間範囲を制限することによって、例えば大きく収差の影響を受けたり、観察不要な範囲の電子線を予め排除したり、などの利用が可能である。これらの電子線の空間範囲制限が、試料３への電子線照射と全く独立に実施できるため、電子線の試料照射条件が変化することが無い。このため、対物絞り５５の変更による観察条件の制御は、新たな試料ドリフトなどを発生させない。

実施例 ８

[0060] 図１７に、図１６とは別なる電子顕微鏡全体の光学系の例を示す。図１７は、STEMモードを持つ透過型電子顕微鏡において、照射光学系（４１、４２）と試料３との間に位置するSTEM用照射絞り４４を用いて、照射電子線の空間範囲を制御する例である。STEM用照射絞り４４では、試料３を照射する電子線の量、範囲を直接制御できるので、例えば、生物試料観察時など、レンズレス・フーコー法において電子線の照射量を制御したいときに有効な絞りである。照射光学系の絞り４５と併用すれば、照射範囲を詳細に変更可能である。

実施例 ９

[0061] 通常の場合電子線ホログラフィーでは、制限視野絞りと電子線バイプリズムとは併用、或いは交換利用されることが多い。すなわち、本発明においても、照射光学系によりクロスオーバー（光源の像）が結像される位置（制限視野絞りの位置）に、電子線バイプリズムを配置することは可能である。これにより、対物レンズを用いない光学系においても、ツイン・フーコー法（特許文献１）（非特許文献２）を実施することが可能となる。なお、電子線ホログラフィーや電子線バイプリズムについては、特許文献１、非特許文献

2、非特許文献3に記載がある。

[0062] 本発明において、ツイン・フーコー法を実施する場合の光学系を図18に示す。制限視野絞りをを用いて、試料3を透過して偏向を受けた電子線を取捨選択するのではなく、電子線バイプリズム9によってさらに偏向を加えあるいは偏向を抑制し、観察・記録面89上の異なる位置にそれぞれ試料3により偏向を受けた電子線を個別に結像する光学系である。すなわち、2つのフーコー像(841、842)が一度に観察される。図18では一例として、電子線バイプリズム9のフィラメント電極91に負の電圧を印加した例を記載しているが、印加電圧は正負を問わない。印加電圧の正負が反転した場合には、観察される2つのフーコー像の配置が左右入れ替わるだけである。ツイン・フーコー法は、1鏡体2画像の観察という新しい概念に基づく観察手法であるが、これが本発明においても実施可能である。

実施例 10

[0063] 本発明に関して実施した実験の結果を記載する。使用した電子顕微鏡は、日立ハイテク製のHF-3300透過型高分解能電子顕微鏡(加速電圧300kV)で、汎用型のものである。図4と図5、或いは光軸調整のための偏向系を含めて記載するならば図6と図5、が1つの操作で切り替えられる様に調整した。すなわち、試料の像観察モードと試料の回折パターン観察モードとが、再現性よく1つの操作で切り替えられる様に調整した。また、全電子レンズ系を表記する場合は、図9、図10がこれに該当するものである。観察を行った試料は、マンガン酸化物系の材料 $\text{La}_{0.75}\text{Sr}_{0.25}\text{MnO}_3$ (LSMO) の薄膜で、双晶を構成すること、180度反転磁区構造、および90°磁区構造となることなどが知られている。

[0064] 図19にLSMOのフレネル像を示す。Aはアンダーフォーカス(不足焦点)像、Bはインフォーカス(正焦点)像、Cはオーバーフォーカス(過焦点)像である。各図中の右上から左下にかけて帯状に見えるものが、それぞれ互いに逆方向に磁化された磁区であり、この試料の観察の範囲は、180度磁区構造となっていることが、別の知見から知られている。図19AとCの帯状領域

の境界部に見える線状のコントラスト 7 2 が磁壁である。A のアンダーフォーカス像と C のオーバーフォーカス像とで同一部分の線状のコントラスト 7 2 が反転していることがわかる。また、図 1 9 A 中の隣り合う境界部、あるいは図 1 9 C 中の隣り合う境界部でも線状のコントラスト 7 2 が反転している。これら磁壁部のフレネル像のコントラスト 7 2 は、フォーカス、及び磁区の配列によってコントラストが変化することがわかる。すなわち、詳細は図 1、図 2 で説明した通りである。

[0065] 図 1 9 中の他のコントラスト、例えば図 1 9 の A から C を通して図の中央部に上下に筋状の黒い縞模様が見られるが、これは等傾角干渉縞であり、試料薄膜が結晶でブラッグ角程度ゆがんでいることに起因したコントラストである。この等傾角干渉縞に断裂が見られるが、これは断裂部分が双晶境界であることを示している。以上の観察結果から、磁壁は双晶境界に沿っていることがわかる。このように、本発明においても、フレネル法で磁壁を可視化することが容易である。

[0066] 図 2 0 に図 1 9 と同一場所のフーコー像（インフォーカス）の観察例を、図 2 1 に図 2 0 のフーコー像を構成する際に用いた小角電子回折パターンを示す。図 2 1 の小角回折パターンを記録した時のカメラ長は約 1 5 0 m で、通常のブラッグ回折パターン観察時の 2 0 0 倍程度の拡大像になっている。そのため、回折パターン内の角度スケールも 10^{-5} rad となっていることに注意されたい。

[0067] 図 2 1 の小角回折パターンでは、回折スポットがストリークを引きながら 2 つに分離している。このストリークが直線状であることから、1 8 0 度反転磁区境界がブロッホ磁壁となっていることがわかる。図 2 0 A は図 2 1 の左上側の回折スポットから観察されたフーコー像、図 2 0 B は右下側の回折スポットから観察されたフーコー像である。それぞれ双晶境界を境にコントラスト（7 1、7 3）が反転しており、磁区が交互に入れ変わる 1 8 0 度反転磁区構造となっていることがわかる。

[0068] このように、レンズレス・フーコー法では、フーコー像とともに同一視野

の小角回折パターンも観察できることから、フレネル像と比較してより多くの実験的知見を得ることが可能である。

[0069] このように本発明では、汎用型高分解能電子顕微鏡であってもフーコー法で磁区を直接可視化することが可能（図20参照）である。また、フーコー像による磁区観察の際に、小角回折パターンを観察することが容易であり、小角回折スポットの選択抽出が可能（図21参照）である。

[0070] 図22に90度／180度磁区構造のフレネル像と小角電子回折パターンを示す。図22A（アンダーフォーカス）とB（オーバーフォーカス）の図中央部に縦方向にジグザグの磁壁が観察されているが、これは180度磁壁であり、ジグザグ形状の磁壁の各頂点から左右に伸びる線状のコントラストが90度磁壁である。この図22A、Bの観察領域の小角回折パターンが図22Cである。回折パターンの中央部にX状に交差したストリークが180度磁壁によるもの、左右の回折スポットを上下方向に結ぶストリークが90度磁壁によるものである。

[0071] 図23に90度磁壁のフーコー像とそのフーコー像を得た際に選択した小角回折パターン中のストリークを示す。図23Aが回折パターン中央部のX状ストリークの180度磁壁のフーコー像、図23Bが回折パターン左側ストリークの90度磁壁のフーコー像、図23Cが回折パターン右側ストリークの90度磁壁のフーコー像である。図23のフーコー像では、磁壁のみが線状に可視化されている。選択するストリークに応じて、可視化される磁壁が異なり、特定の磁壁を狙って観察することが可能である。このように、通常は磁区を観察するのみと考えられてきたフーコー法でも、本発明の方法によれば、磁壁を直接インフォーカスで観察することが可能となる。さらに、磁壁のフーコー像を確認しながら、エネルギー分析器により元素分析が実施できれば、磁壁に偏析する元素を知ることができる。

符号の説明

[0072] 1…電子源もしくは電子銃、10…電子源の像（クロスオーバー）、11…試料により紙面上左方向へ偏向された電子源の像もしくは電子回折スポット

、 13…試料により紙面上右方向へ偏向された電子源の像もしくは電子回折スポット、 18…真空容器、 19…電子源の制御ユニット、 2…光軸、 24…投影面、 25…投影面上の電子線の強度分布、 27…電子線もしくは電子線の軌道、 3…試料、 31・33…磁区、 32…磁壁、 35…試料下側のフォーカス位置、 36…試料上側のフォーカス位置、 39…試料の制御ユニット、 4…照射光学系（レンズ系）、 40…加速管、 41…第1照射レンズ、 42…第2照射レンズ、 44…STEM用照射絞り、 45…照射光学系の絞り、 47…第2照射レンズの制御ユニット、 48…第1照射レンズの制御ユニット、 49…加速管の制御ユニット、 5…対物レンズ、 51…制御系コンピュータ、 52…制御系コンピュータのモニタ、 527…像観察モード手段、 528…低倍率像観察モード手段、 529…回折パターン観察モード手段、 53…制御系のコントロールパネル、 531X…X方向試料微動つまみ、 531Y…Y方向試料微動つまみ、 532…倍率調整つまみ、 533…照射領域調整つまみ、 534…照射系偏向調整つまみ、 535…フォーカス調整つまみ、 536…フーコー像観察モード手段、 537…小角回折パターン観察モード手段、 538…照射光学系の調整停止解除手段、 539…照射光学系の調整停止手段、 55…対物絞り、 59…対物レンズの制御ユニット、 61…第1結像レンズ、 62…第2結像レンズ、 63…第3結像レンズ、 64…投射レンズ、 65…制限視野絞り、 66…投射レンズの制御ユニット、 67…第3結像レンズの制御ユニット、 68…第2結像レンズの制御ユニット、 69…第1結像レンズの制御ユニット、 71・73…磁区の像、 72…磁壁の像、 75…演算処理装置、 76…画像表示装置、 77…画像記録装置、 78…観察記録媒体の制御ユニット、 79…観察記録媒体、 8…対物レンズによる試料の像面、 81…偏向器、 82…回折パターン、 84…フーコー像、 85…試料で偏向されなかった電子線による像、 86…フレネル像、 87…制限視野絞りの制御ユニット、 88…偏向器の制御ユニット、 89…観察・記録面、 9…電子線バイプリズム、 91…電子線バイプリズムのフィラメント電極、 95…EELS、 96…試料により偏向を受けなかったエネルギー損失電子の像

、 97…EELSの電子光学系、98…エネルギースペクトル、99…試料により偏向を受けたエネルギー損失電子の像

請求の範囲

[請求項1]

電子線の光源と、前記光源から放出される電子線を試料に照射するための複数の電子レンズから構成される照射光学系と、前記試料への前記電子線の照射量を変更する照射光学系に属する移動可能な照射絞りと、前記電子線が照射する前記試料を保持するための試料保持装置と、前記試料の像もしくは前記試料の回折パターンを結像するための複数の電子レンズから構成される結像レンズ系と、前記結像レンズ系による前記試料の像もしくは前記試料の回折パターンを観察する観察面と、前記試料の像もしくは前記試料の回折パターンを記録するための記録装置と、を有する電子顕微鏡であって、

前記結像レンズ系に属する電子レンズのうち前記電子線の進行方向最上流に位置する第1の結像レンズと前記試料保持装置との間に前記試料を透過した電子線の一部を選択透過させるための移動可能な第1の絞り孔を備え、

前記第1の結像レンズの前記電子線の進行方向下流側に前記電子線を偏向させるための偏向装置を備え、

前記照射光学系により前記絞り孔に前記試料を透過した電子線を収束させ、

前記第1の結像レンズの焦点距離の変更に伴って発生する前記電子線の軸ずれを前記偏向装置によって補正し、

前記第1の結像レンズの焦点距離を変更することによって前記試料の像と前記試料の回折パターンを観察する、

ことを特徴とする電子顕微鏡。

[請求項2]

前記照射光学系に属する電子レンズのうち前記試料への前記電子線の照射領域の変更を担う電子レンズの状態が、該電子顕微鏡の操作者による操作によって固定されるとともに、前記操作もしくは前記操作とは別なる操作によって解除されるまで、該電子顕微鏡の他の操作によらず該電子レンズの状態が継続されることを特徴とする請求項1に

記載の電子顕微鏡。

[請求項3] 前記試料の像を観察する前記第1の結像レンズの焦点距離と、前記試料の回折パターンを観察する前記第1の結像レンズの焦点距離と、が該電子顕微鏡の操作者による前記請求項2に記載の操作とは異なる操作によって切り替えられることを特徴とする請求項1もしくは2に記載の電子顕微鏡。

[請求項4] 請求項3に記載の操作によって前記試料の像の観察と前記試料の回折パターンの観察とが切り替えられる際に、前記試料像の観察に要した前記偏向装置を含む前記結像レンズ系の状態と、前記試料回折パターンの観察に要した前記偏向装置を含む前記結像レンズ系の状態と、がそれぞれ記録され、前記切り替え操作により、それぞれの観察における前回観察の最後の状態に復することを特徴とする請求項3に記載の電子顕微鏡。

[請求項5] 請求項3に記載の操作によって前記試料の像の観察と前記試料の回折パターンの観察とが切り替えられる際に、前記照射絞りが移動しないことを特徴とする請求項3に記載の電子顕微鏡。

[請求項6] 前記結像レンズ系に属する電子レンズの内、前記第1の結像レンズ以外の電子レンズのいずれかの状態を変更させる際、前記第1の結像レンズの焦点距離が変更されないことを特徴とする請求項1に記載の電子顕微鏡。

[請求項7] 前記試料の回折パターンの観察を行なう状態の時に、該電子顕微鏡の操作パネル上にあってFOCUSと明記されているなどの方法により試料の像あるいは試料の回折パターンのフォーカスを調整する意図で備え付けられたつまみなどを操作することによって、前記第1の結像レンズの焦点距離を変更できることを特徴とする請求項1から6のいずれかに記載の電子顕微鏡。

[請求項8] 前記偏向装置が、前記電子線を前記電子顕微鏡の光軸に垂直な平面上の直交する2方向に偏向可能であることを特徴とする請求項1から

7 のいずれかに記載の電子顕微鏡。

[請求項9] 前記第1の結像レンズの焦点距離の変更と前記偏向装置による前記電子線の軸ずれの補正とが連動するように構成されていることを特徴とする請求項1から8のいずれかに記載の電子顕微鏡。

[請求項10] 前記試料の像もしくは前記試料の回折パターンの一部もしくは全部を成す電子線をエネルギー分析器に導入し、エネルギースペクトルを計測することを特徴とする請求項1から9のいずれかに記載の電子顕微鏡。

[請求項11] 前記試料の像もしくは前記試料の回折パターンの一部もしくは全部を成す電子線をエネルギー分析器に導入し、エネルギー分光された試料像もしくは回折パターンを得ることを特徴とする請求項1から9のいずれかに記載の電子顕微鏡。

[請求項12] 前記試料保持装置と前記第1の絞り孔との間に前記結像レンズ系に入射する電子線を制限するための移動可能な第3の絞り孔が設置されることを特徴とする請求項1から11のいずれかに記載の電子顕微鏡。

[請求項13] 前記試料保持装置と前記照射光学系との間に前記電子線が試料を照射する領域を制限するための移動可能な第2の絞り孔が設置されることを特徴とする請求項1から12のいずれかに記載の電子顕微鏡。

[請求項14] 前記第1の絞り孔が設置される位置に光軸と垂直に電子線バイプリズムが配置されることを特徴とする請求項1から13のいずれかに記載の電子顕微鏡。

[請求項15] 電子線の光源と、前記光源から放出される電子線を試料に照射するための複数の電子レンズから構成される照射光学系と、前記試料への前記電子線の照射量を変更する照射光学系に属する移動可能な照射絞りと、前記電子線が照射する前記試料を保持するための試料保持装置と、前記試料の像もしくは前記試料の回折パターンを結像するための複数の電子レンズから構成される結像レンズ系と、前記結像レンズ系

による前記試料の像もしくは前記試料の回折パターンを観察する観察面と、前記試料の像もしくは前記試料の回折パターンを記録するための記録装置と、前記結像レンズ系に属する電子レンズのうち前記電子線の進行方向最上流に位置する第1の結像レンズと前記試料保持装置との間に前記試料を透過した電子線の一部を選択透過させるための移動可能な絞り孔と、前記第1の結像レンズの前記電子線の進行方向下流側に前記電子線を偏向させるための偏向装置と、を備える電子顕微鏡が実行する試料像もしくは回折パターンの観察法であって、

前記照射光学系により前記絞り孔に前記試料を透過した電子線を収束させ、

前記第1の結像レンズの焦点距離の変更に伴って発生する前記電子線の軸ずれを前記偏向装置によって補正し、

前記第1の結像レンズの焦点距離を変更することによって前記試料の像と前記試料の回折パターンを観察する、

ことを特徴とする試料像もしくは回折パターンの観察法。

[請求項16]

電子線の光源と、前記光源から放出される電子線を試料に照射するための複数の電子レンズから構成される照射光学系と、前記試料への前記電子線の照射量を変更する照射光学系に属する移動可能な照射絞り孔と、前記電子線が照射する前記試料を保持するための試料保持装置と、前記試料の像もしくは前記試料の回折パターンを結像するための複数の電子レンズから構成される結像レンズ系と、前記結像レンズ系による前記試料の像もしくは前記試料の回折パターンを観察する観察面と、前記試料の像もしくは前記試料の回折パターンを記録するための記録装置と、前記結像レンズ系に属する電子レンズのうち前記電子線の進行方向最上流に位置する第1の結像レンズと前記試料保持装置との間に前記試料を透過した電子線の一部を選択透過させるための移動可能な絞り孔と、前記第1の結像レンズの前記電子線の進行方向下流側に前記電子線を偏向させるための偏向装置と、を備える電子顕微鏡

が実行するエネルギー spekt ル計測法であって、

前記照射光学系により前記絞り孔に前記試料を透過した電子線を収束させ、

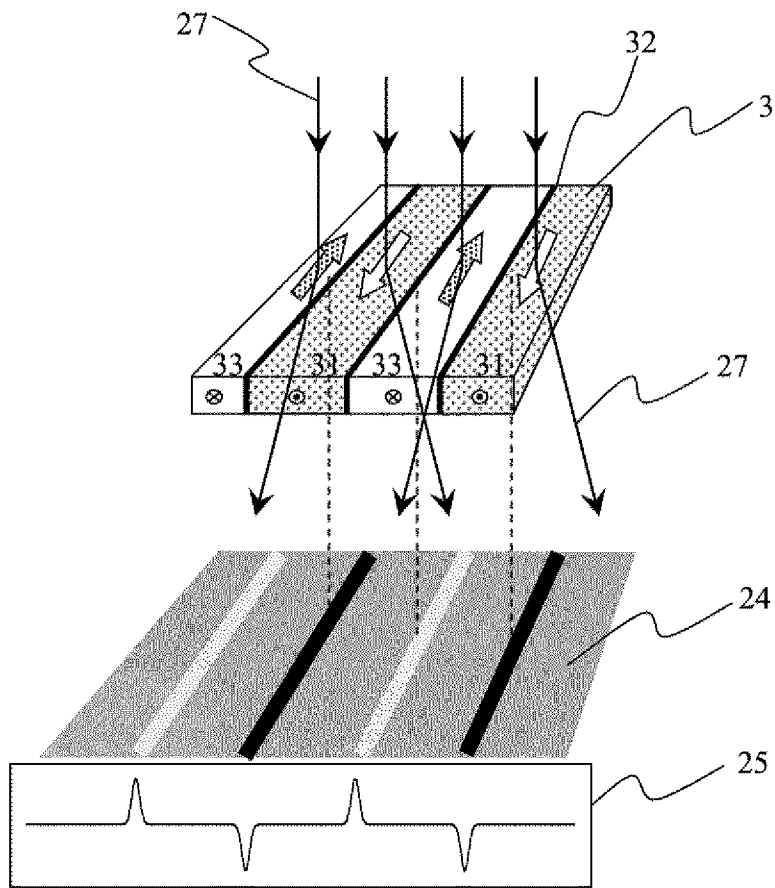
前記第 1 の結像レンズの焦点距離の変更に伴って発生する前記電子線の軸ずれを前記偏向装置によって補正し、

前記第 1 の結像レンズの焦点距離を変更することによって前記試料の像と前記試料の回折パターンを観察するとともに、

前記試料の像もしくは前記試料の回折パターンの一部もしくは全部を成す電子線をエネルギー分析器に導入することによってなされるエネルギー spekt ル計測法。

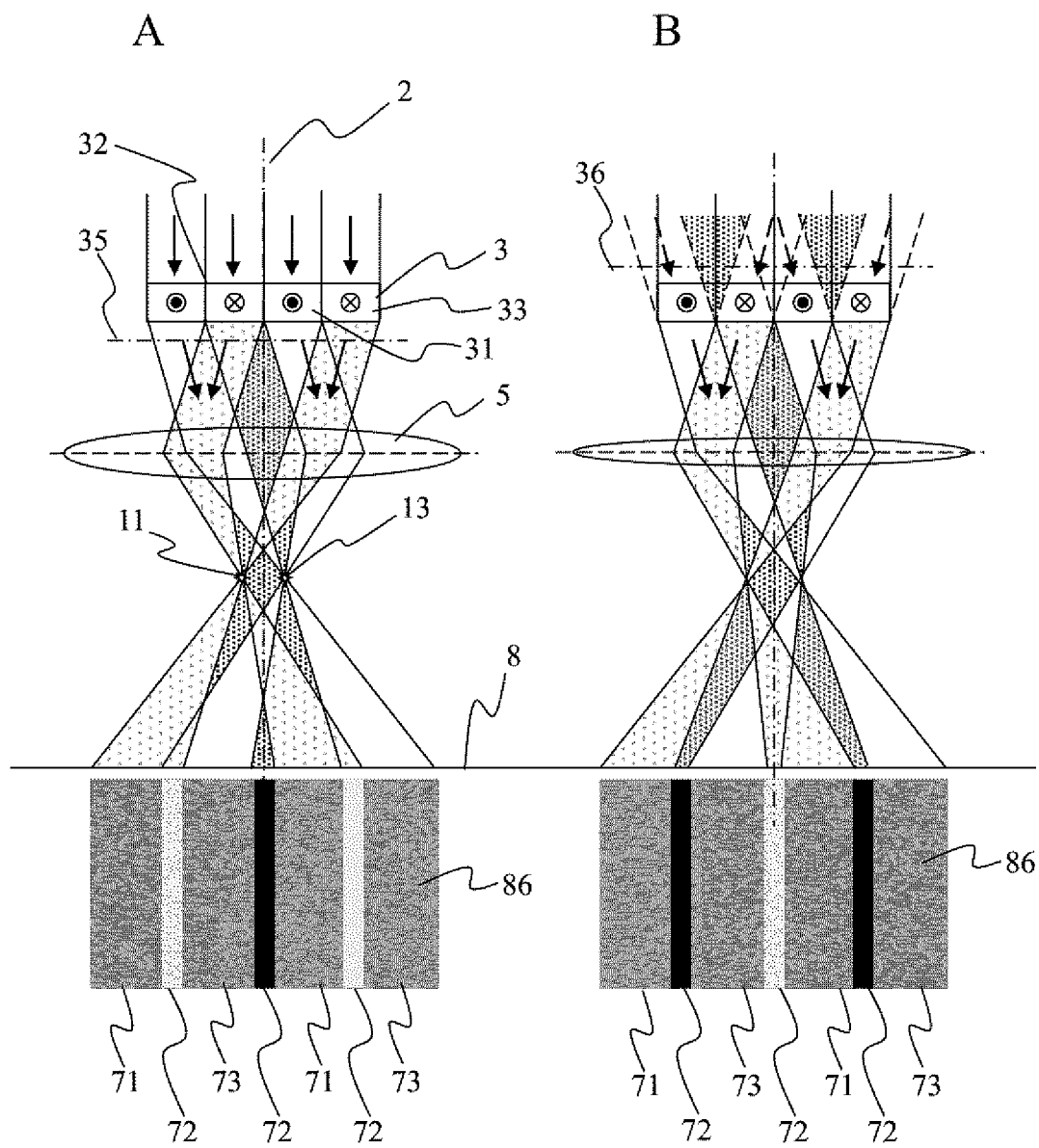
[図1]

図1



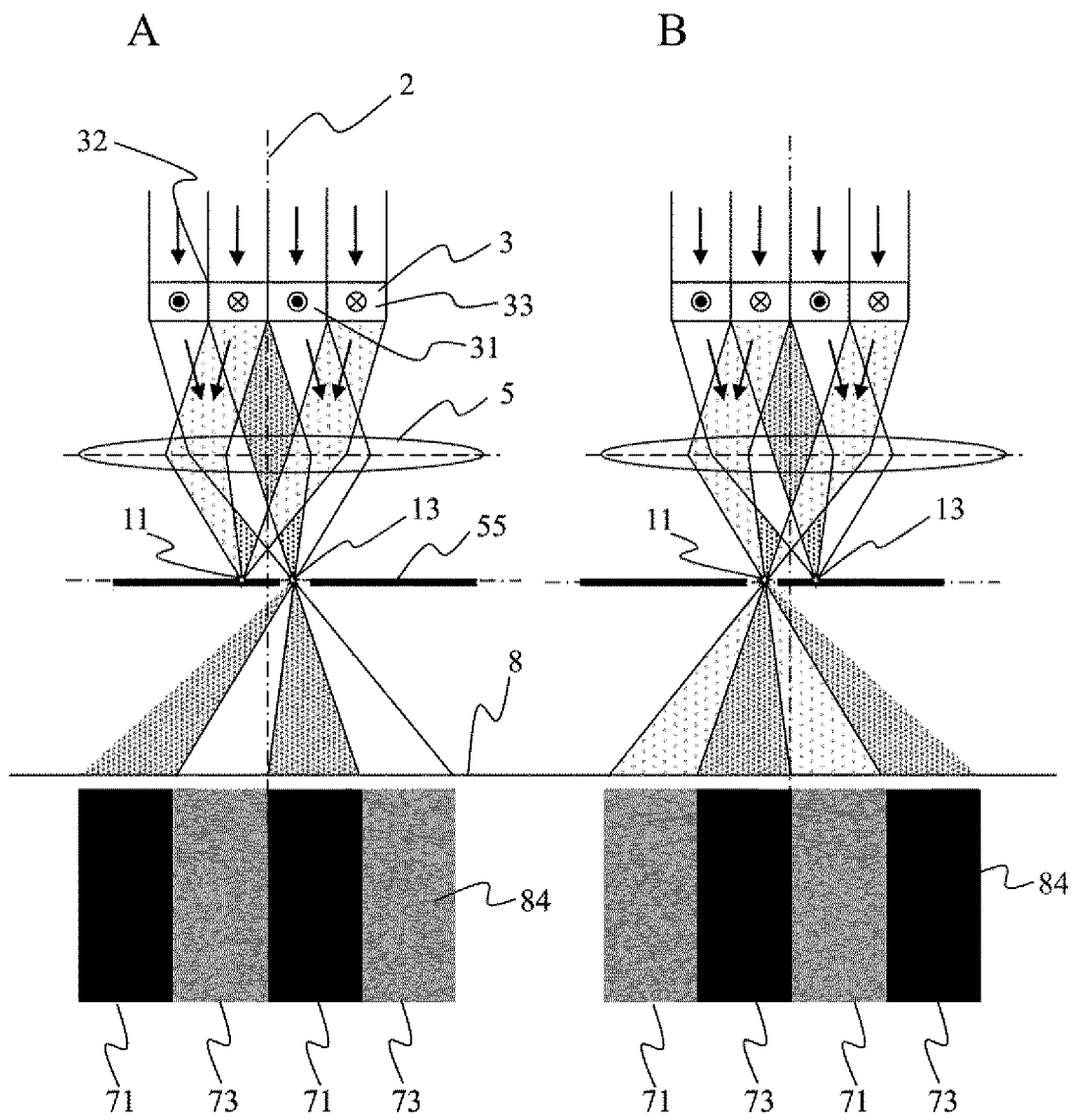
[図2]

図2



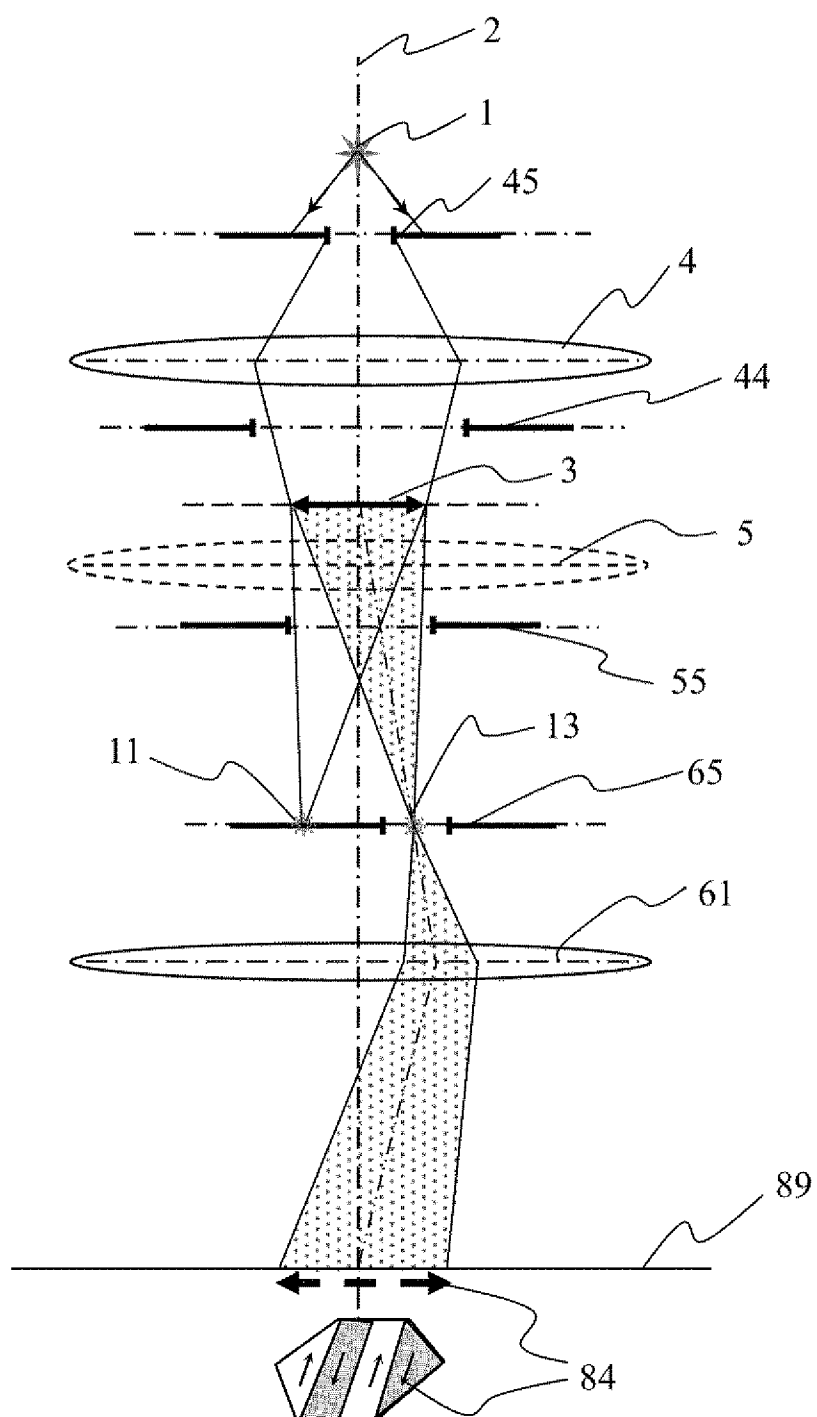
[図3]

図3



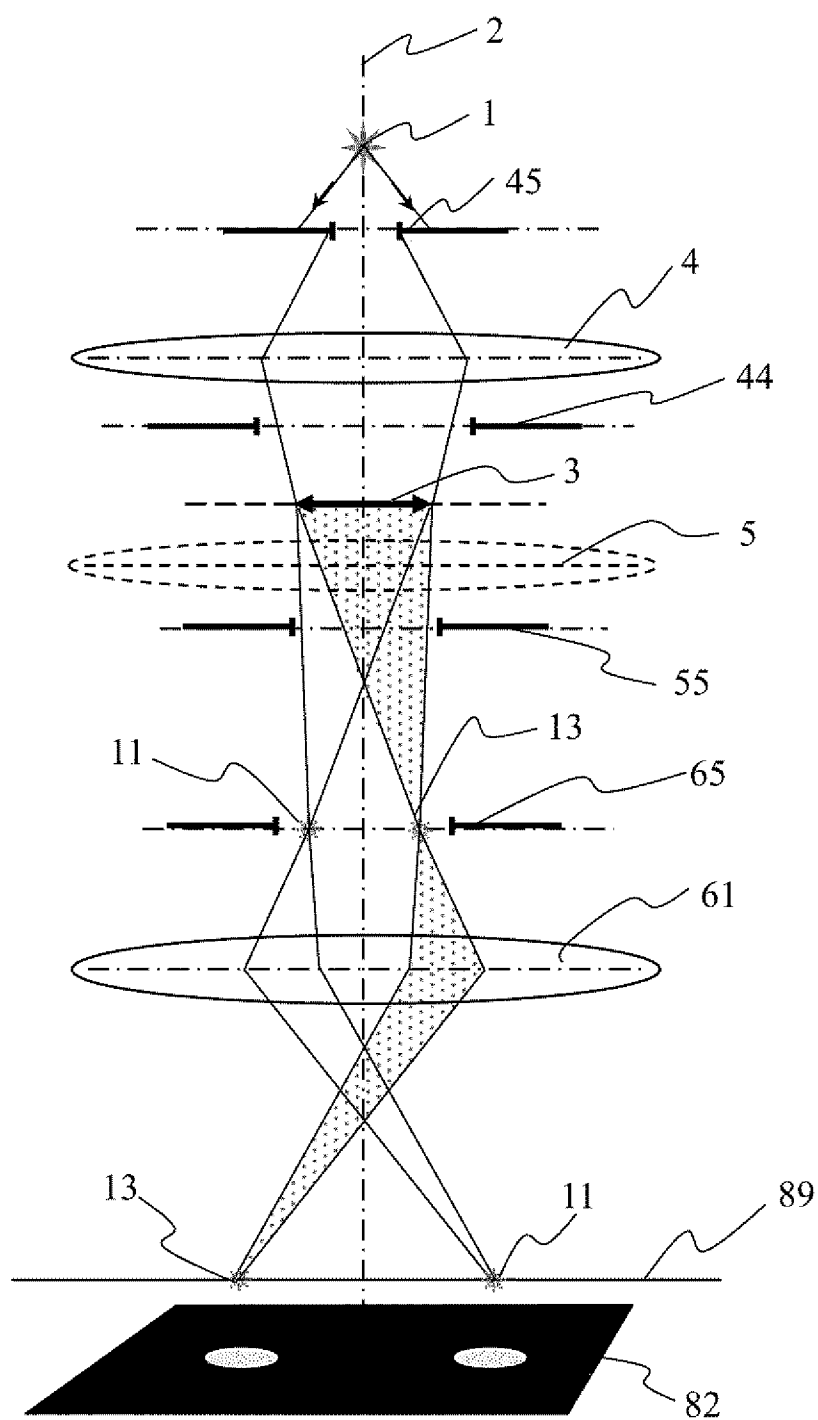
[図4]

図4



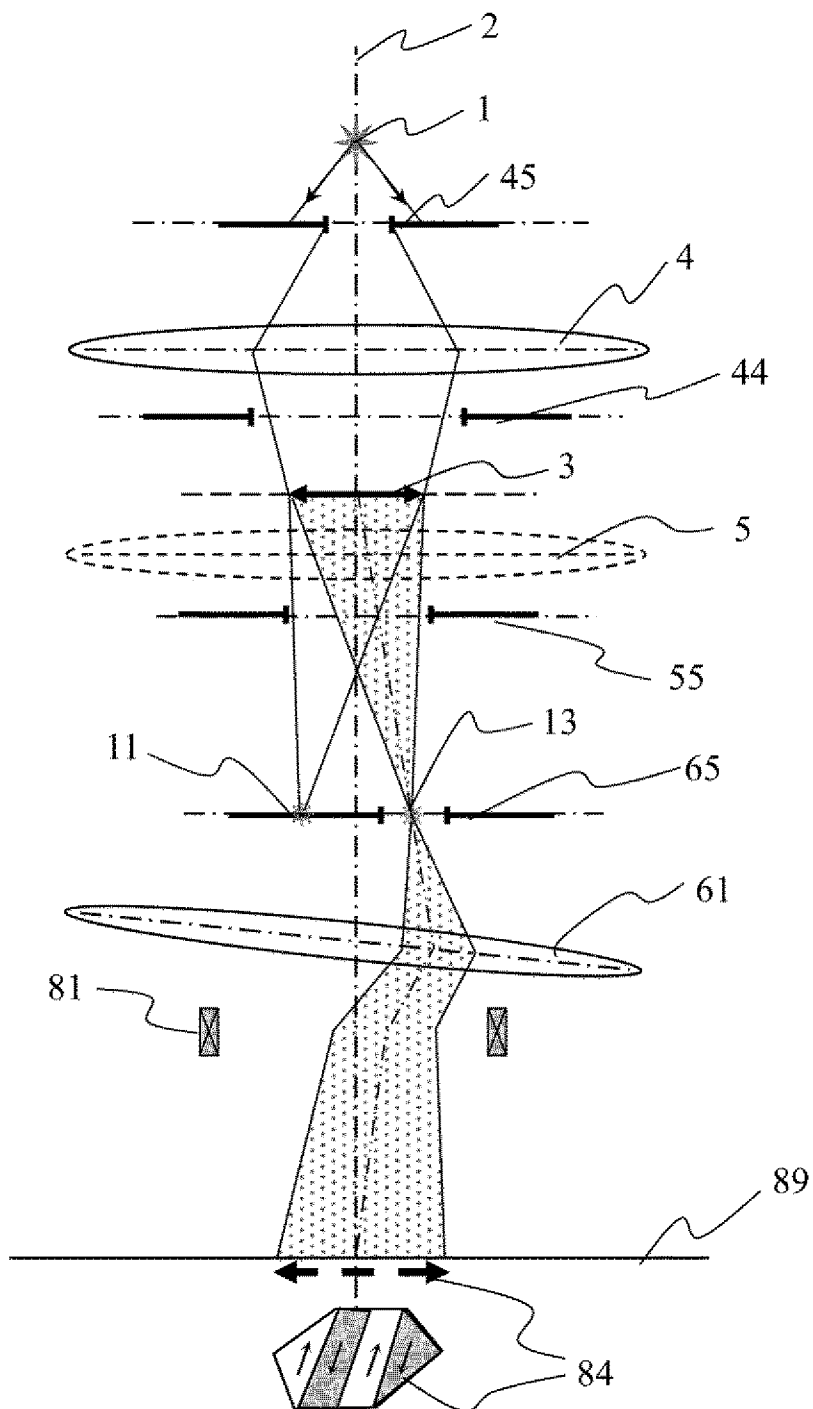
[図5]

図5



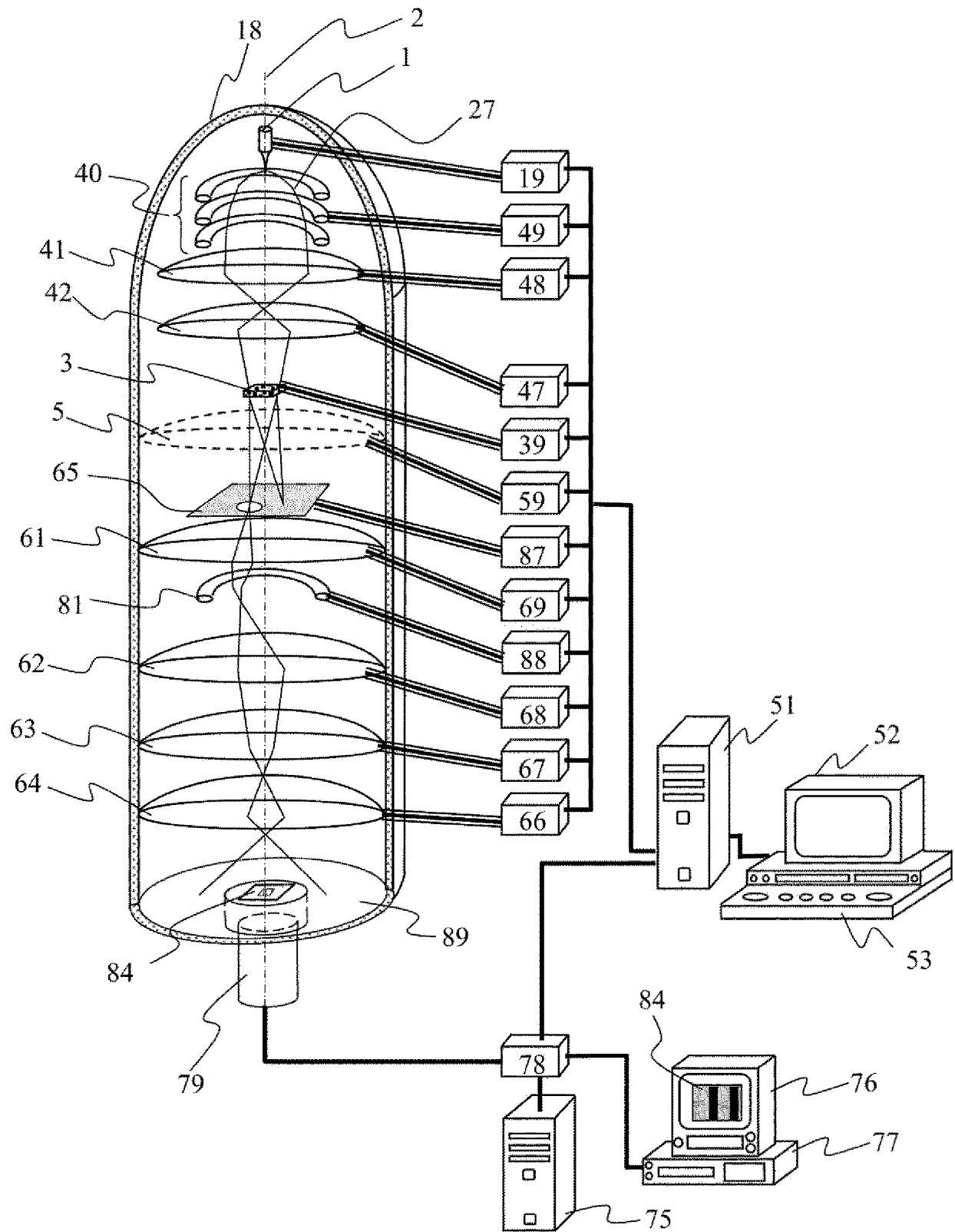
[図6]

図6



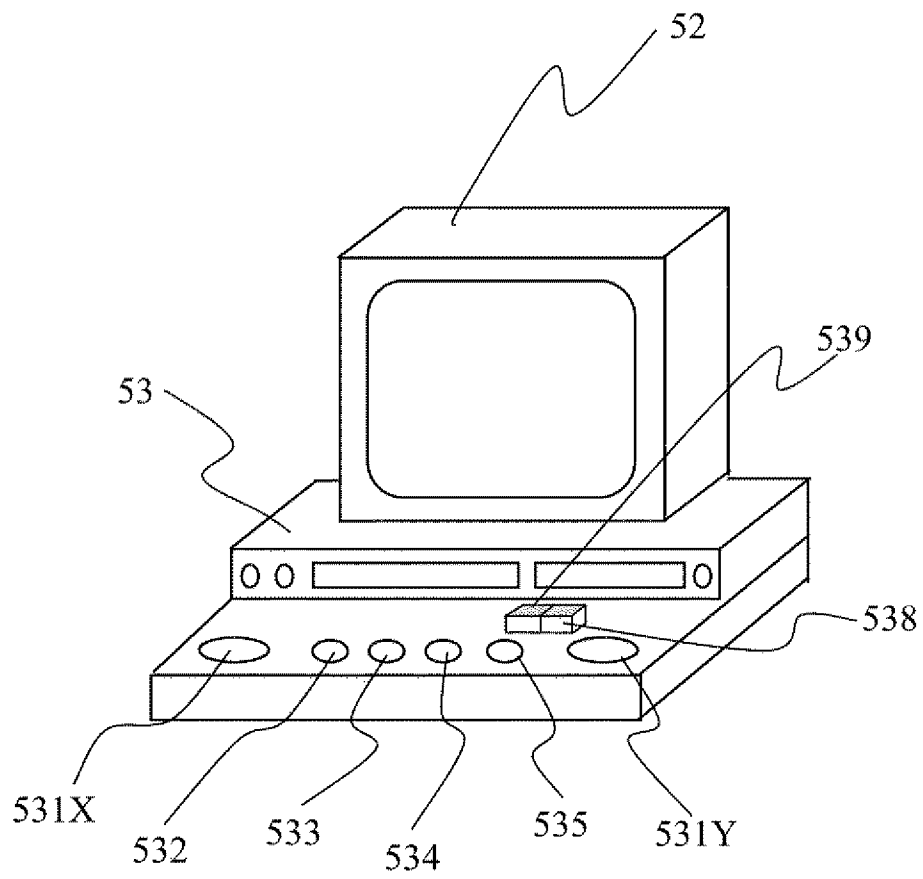
[図7]

図7



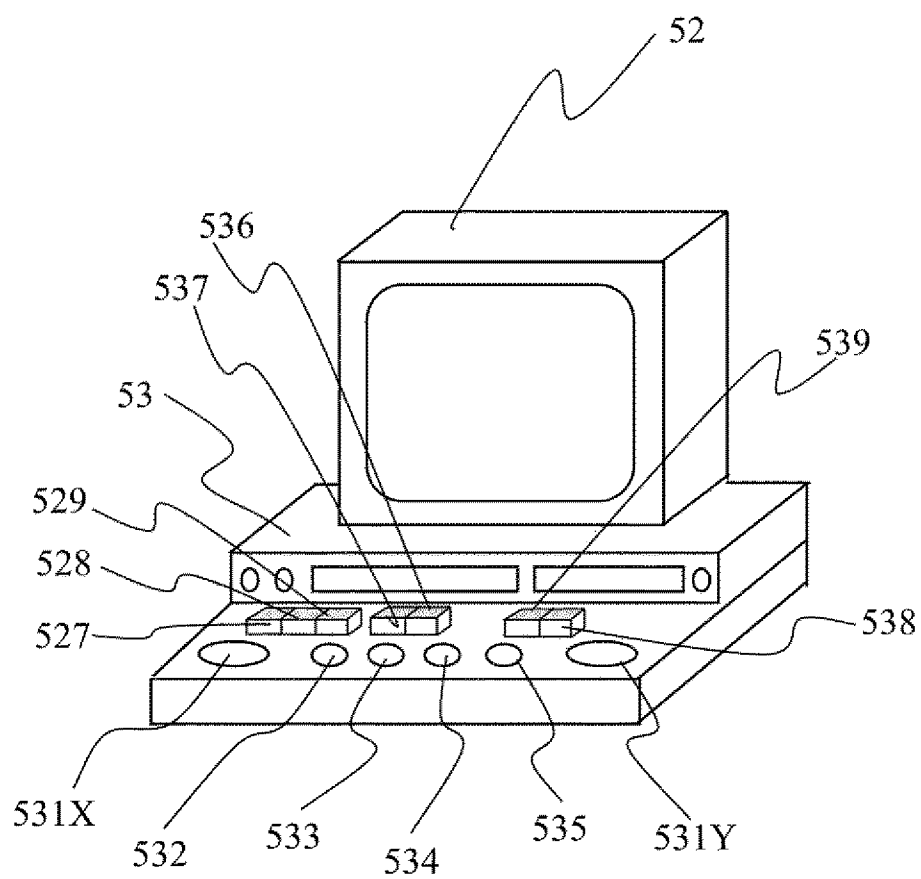
[図8]

図8



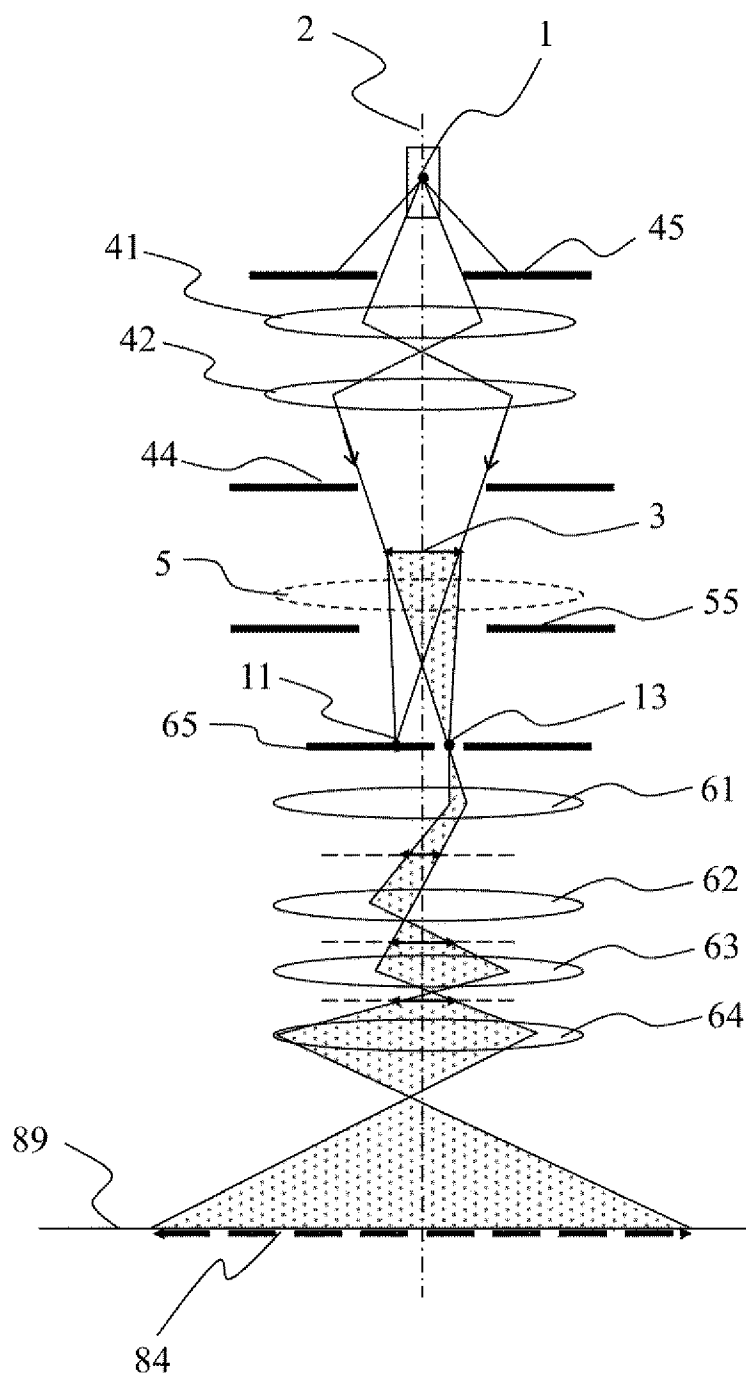
[図9]

図9



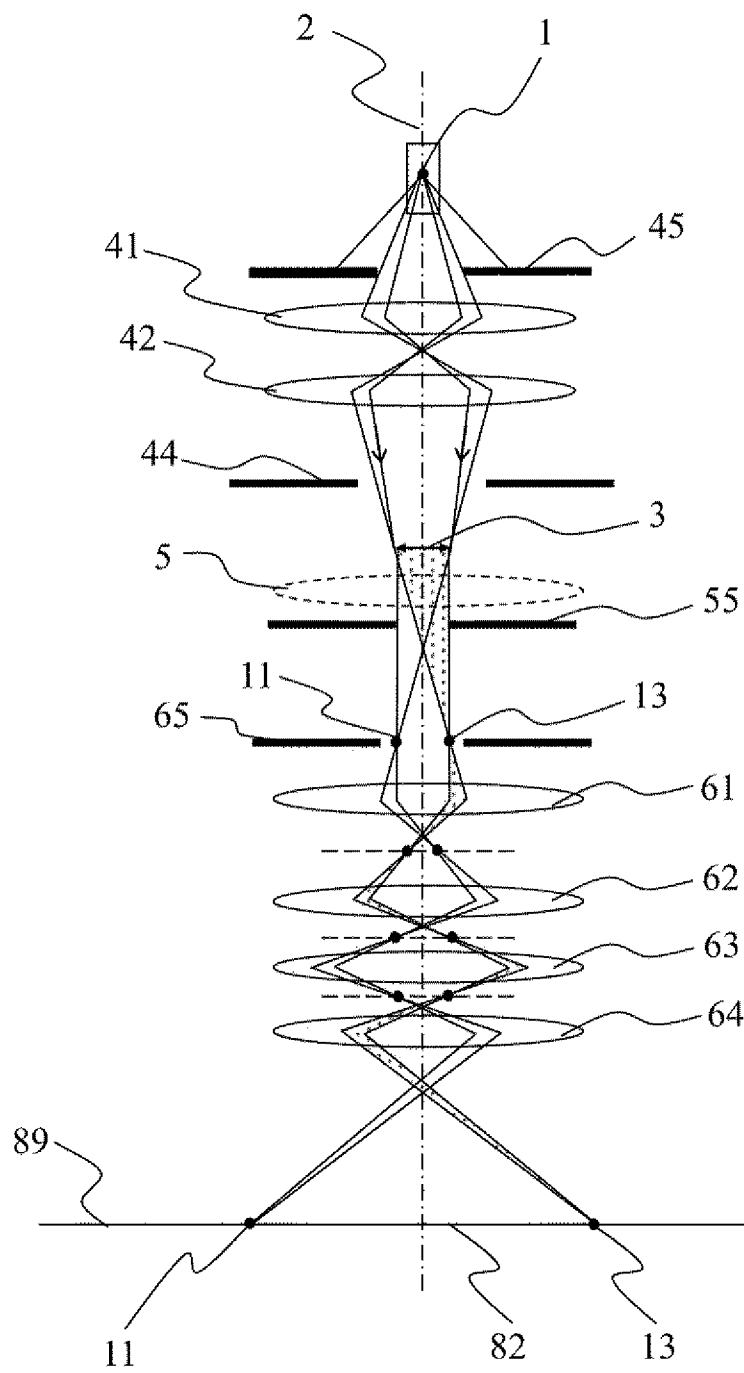
[図10]

図10



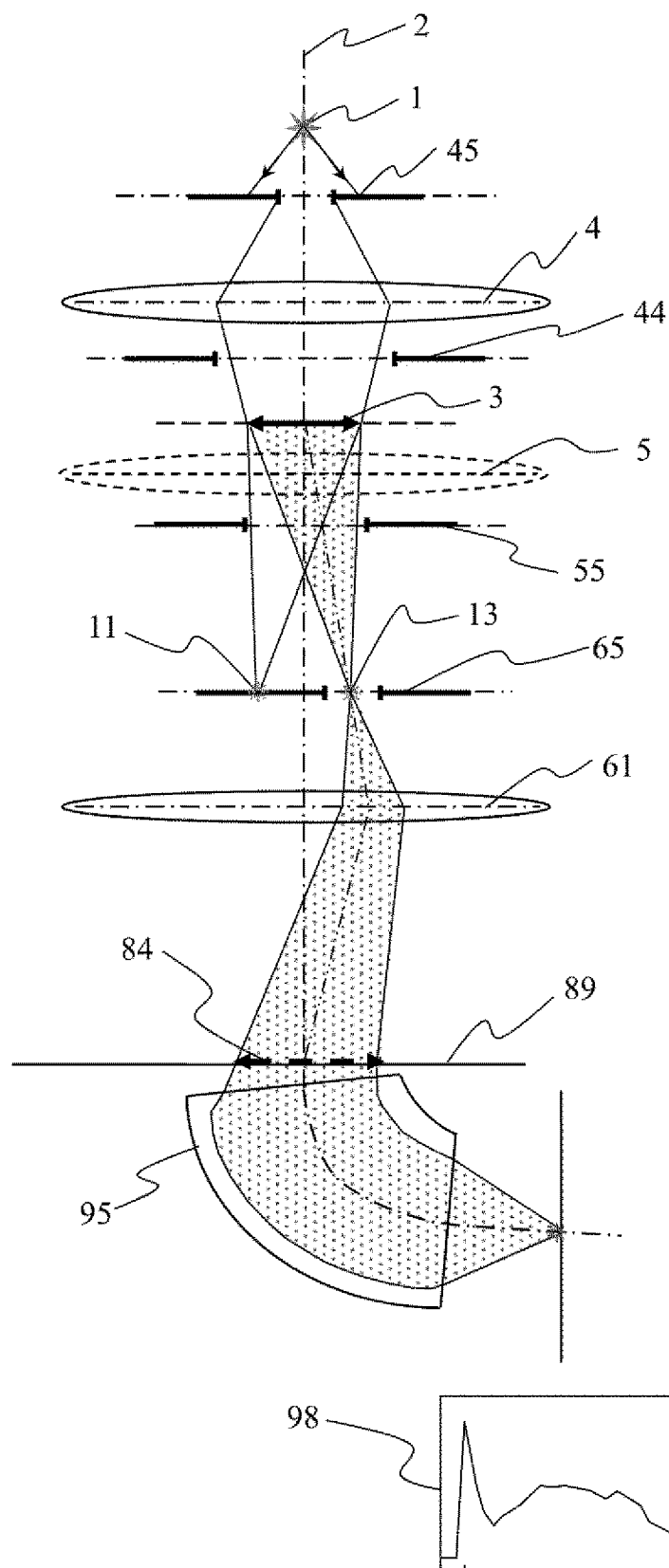
[図11]

図11



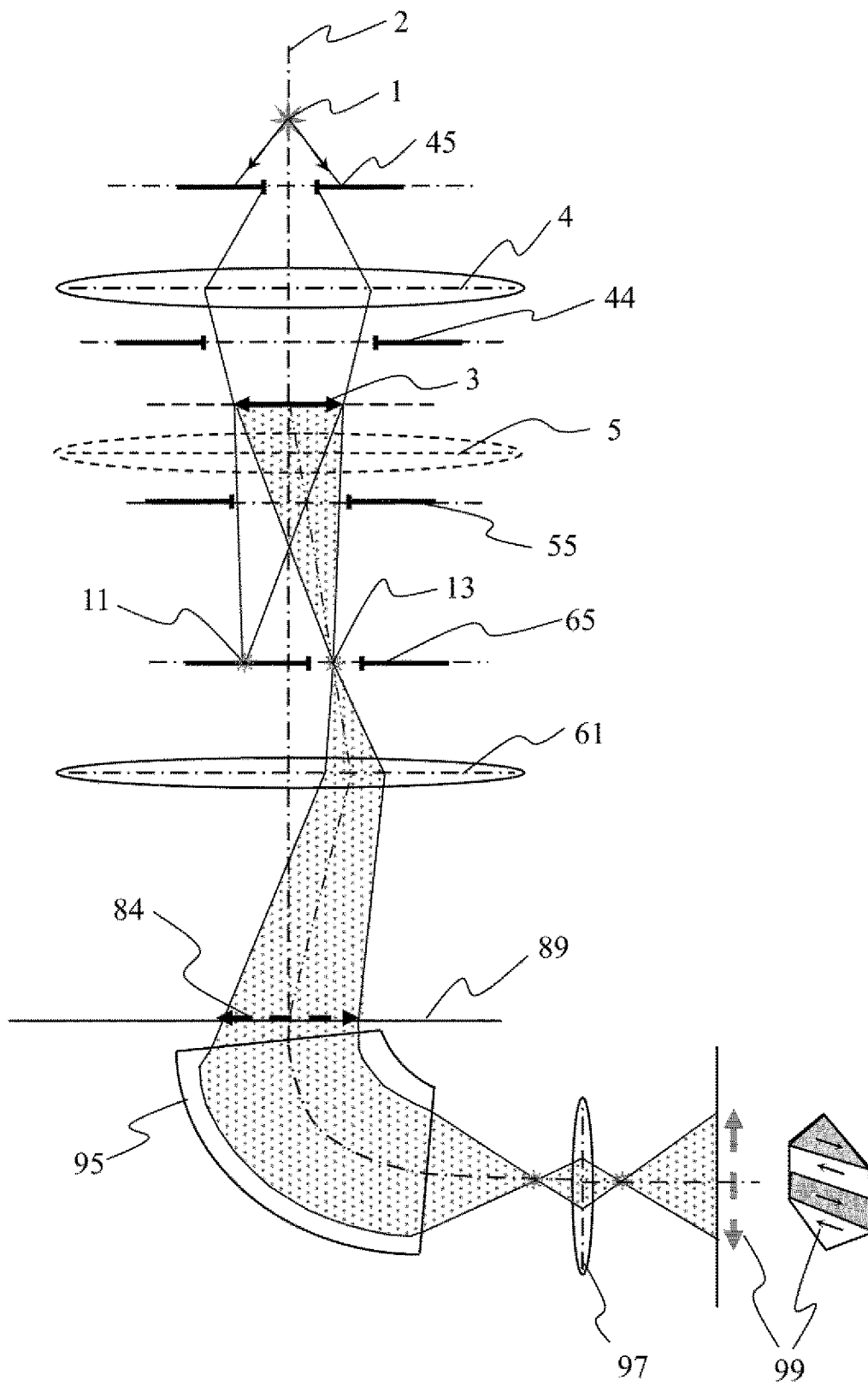
[図12]

図12



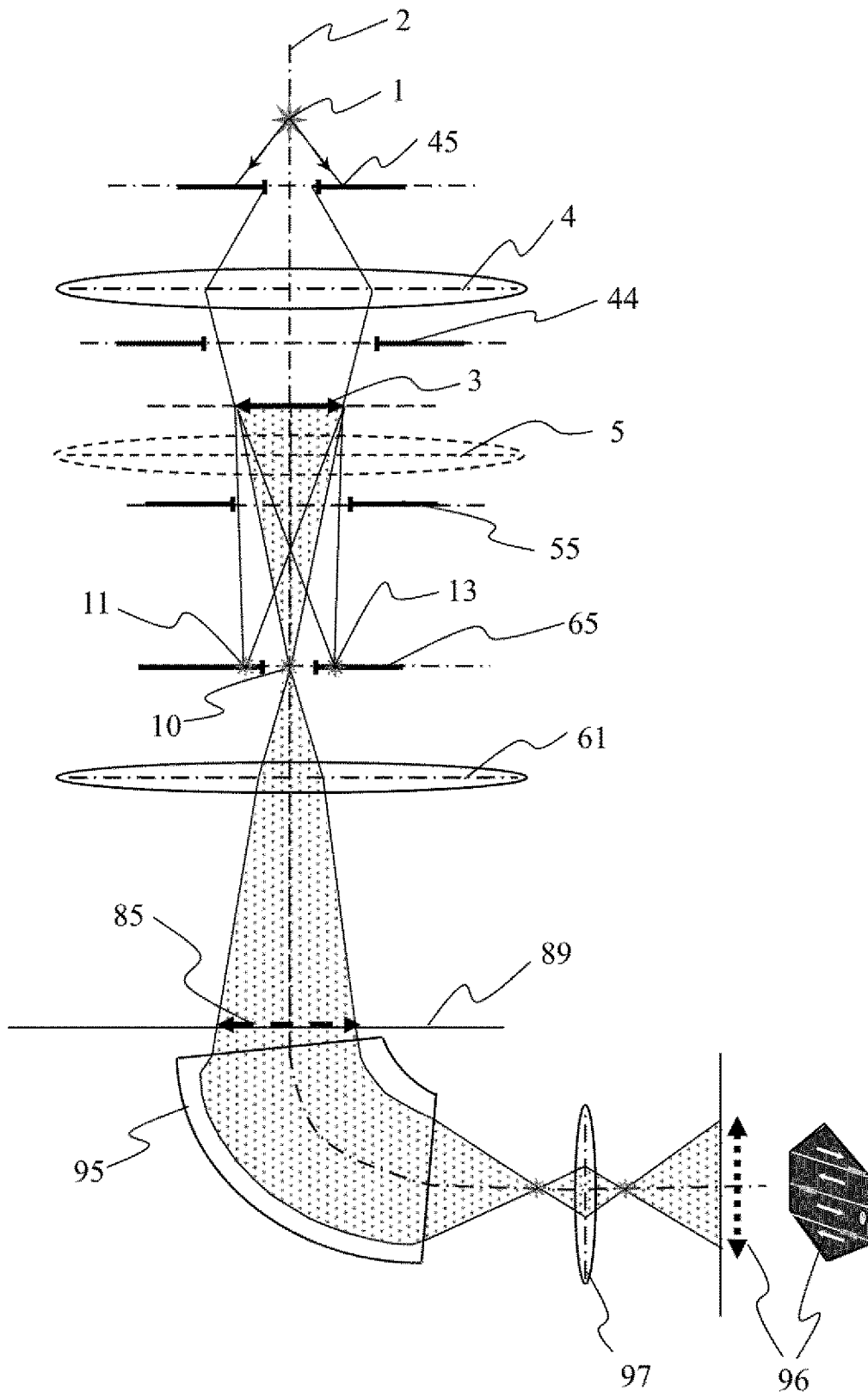
[図13]

図13



[図14]

図14



[図15]

図15

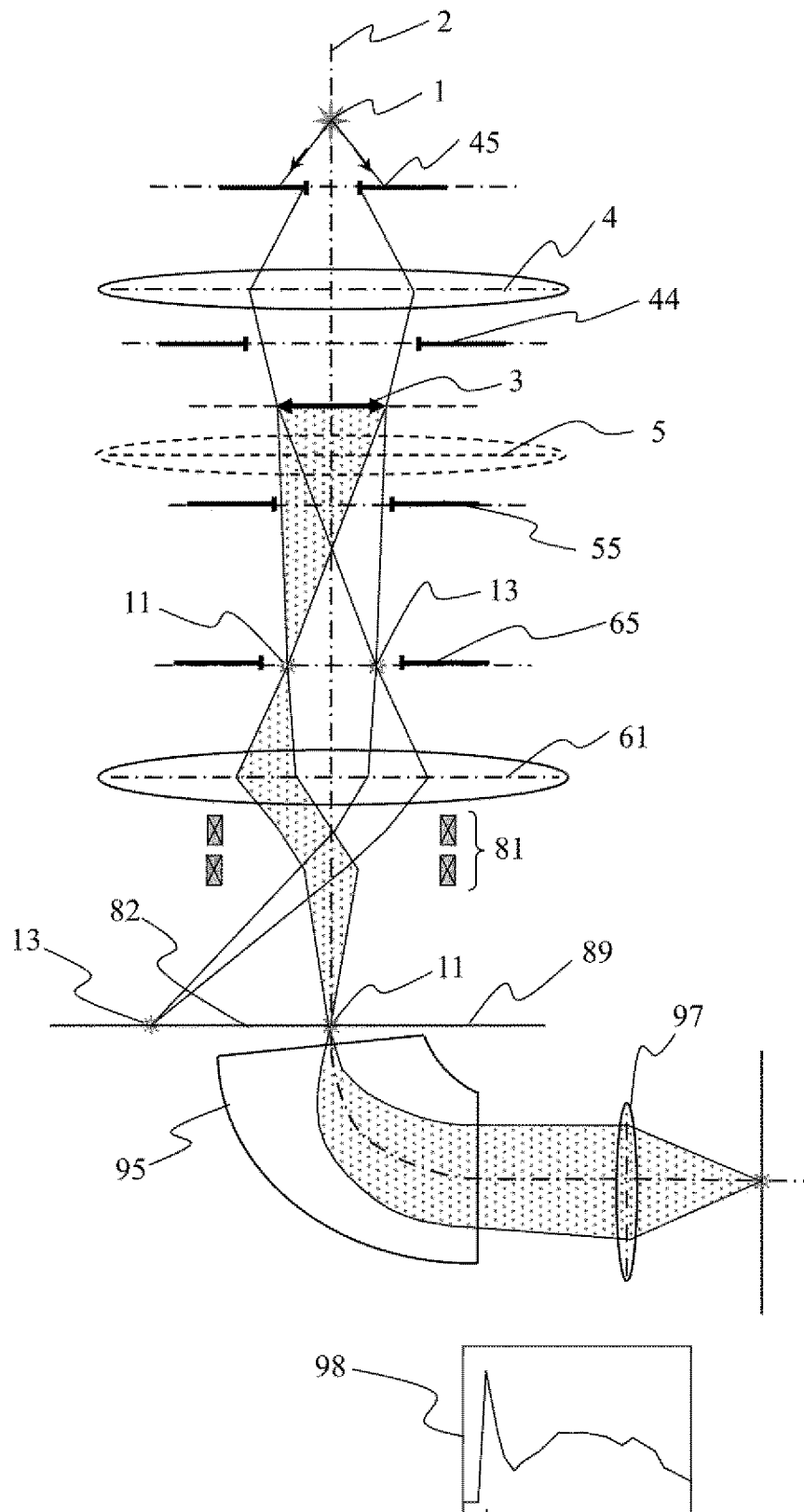
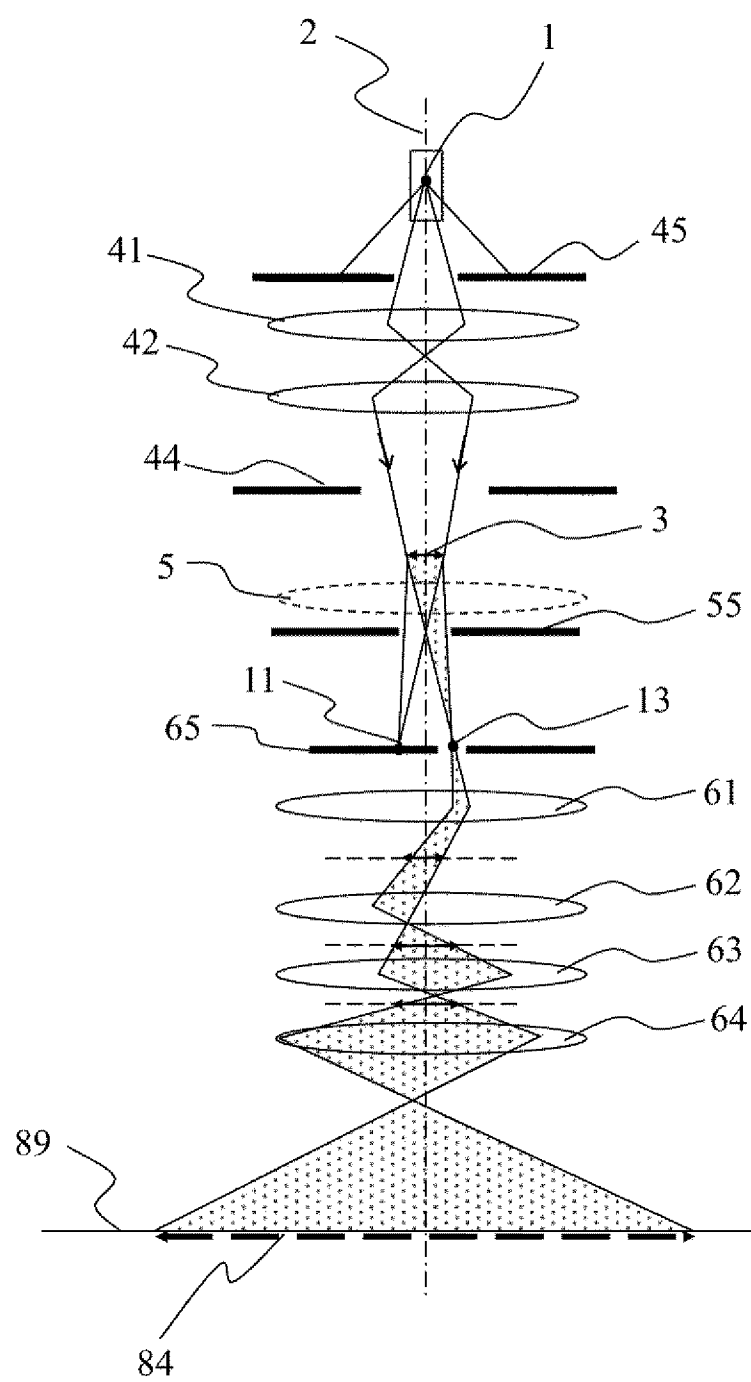
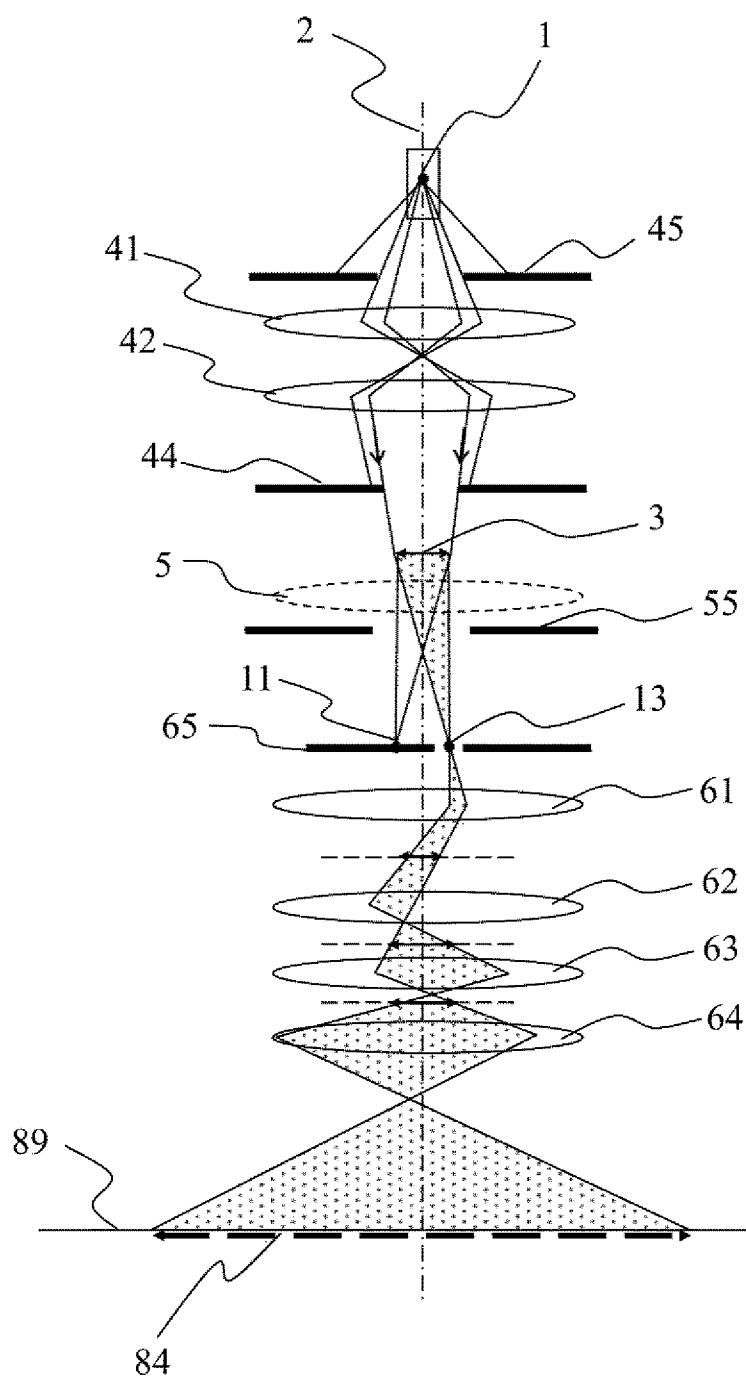


图 16



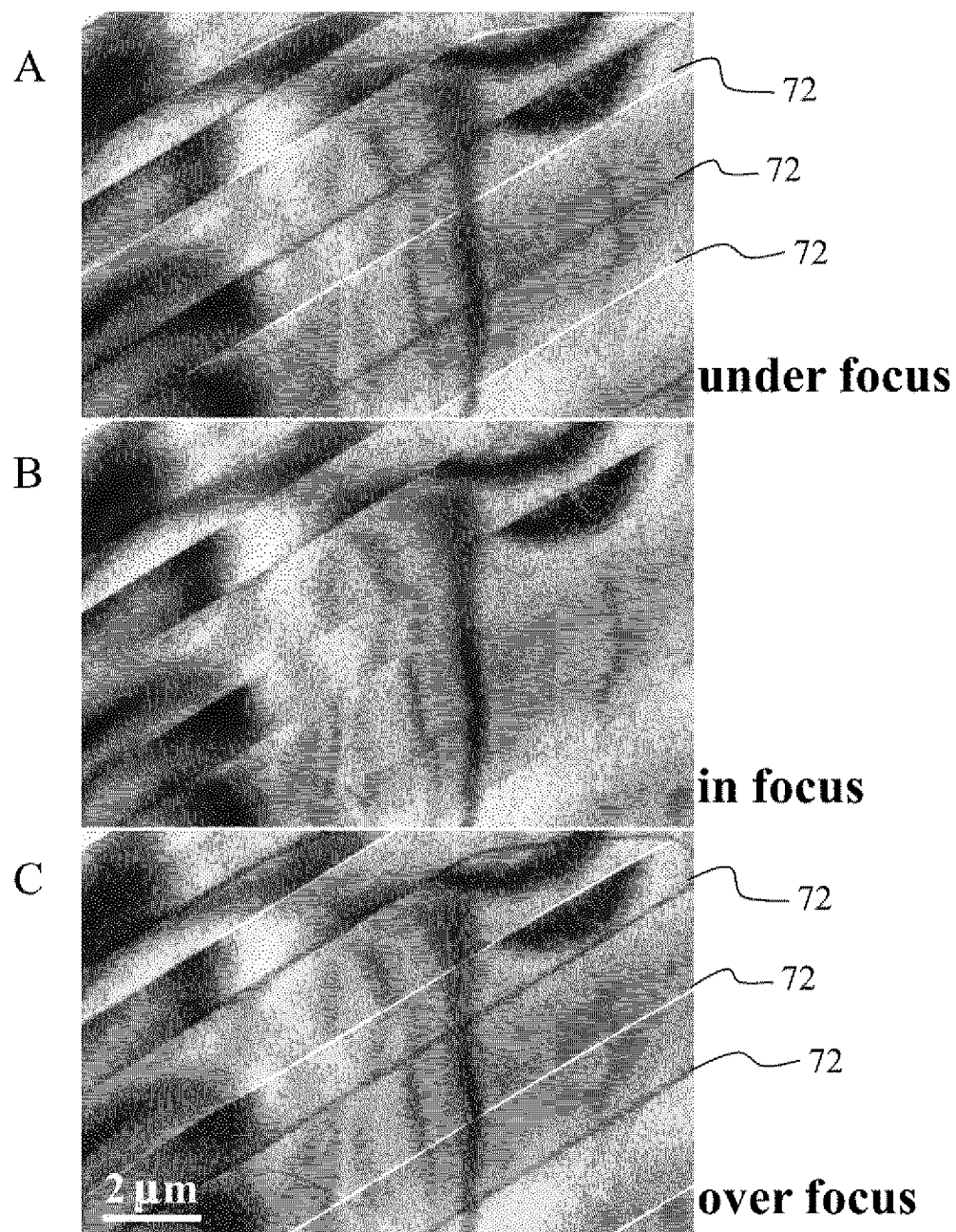
[図17]

図17



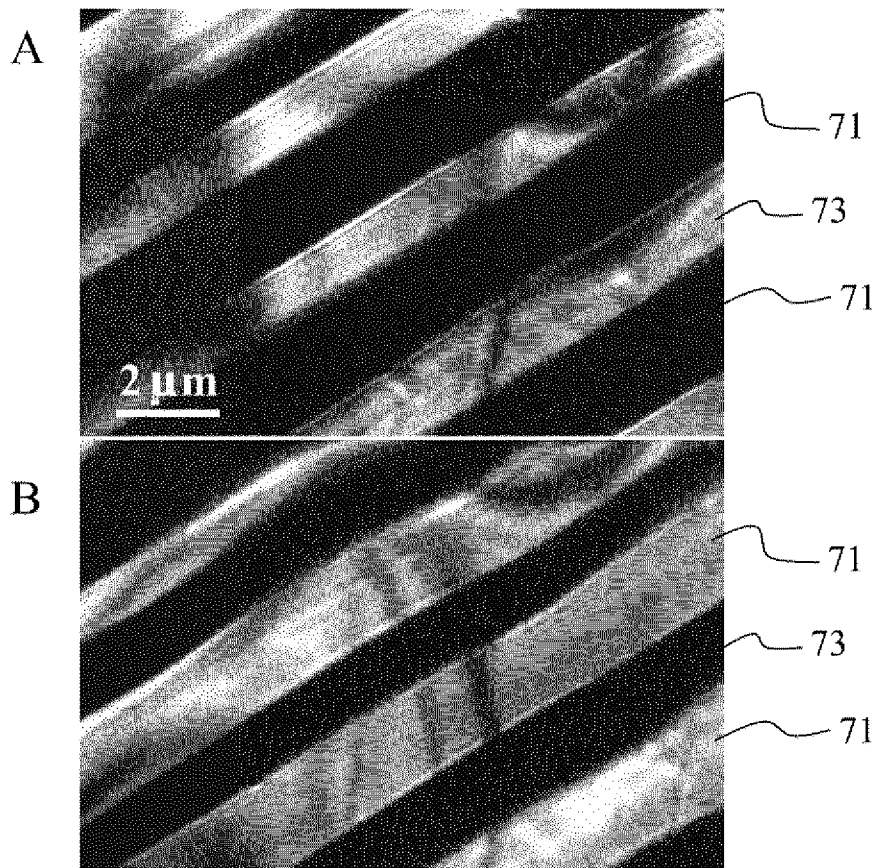
[図19]

図19



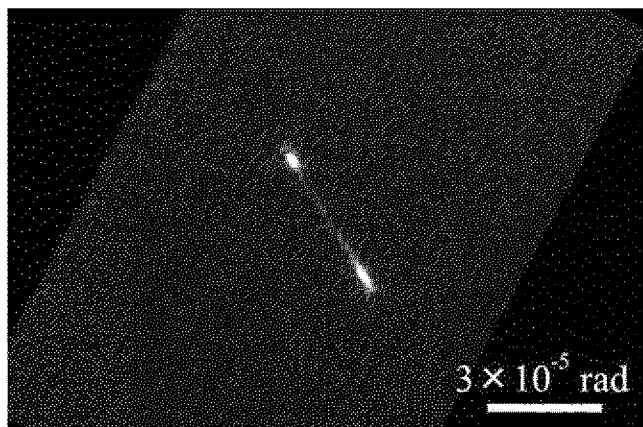
[図20]

図20



[図21]

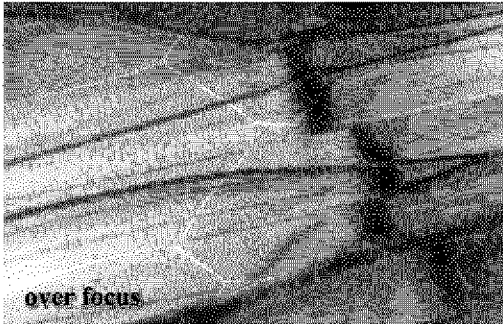
図21



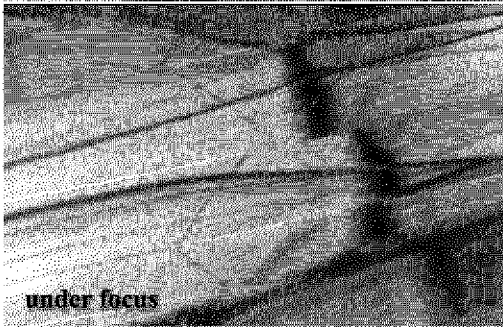
[図22]

図22

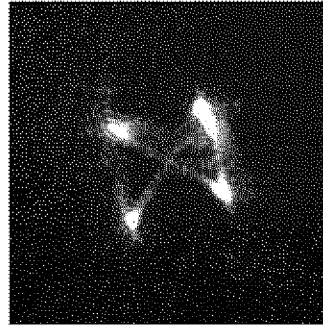
A



B

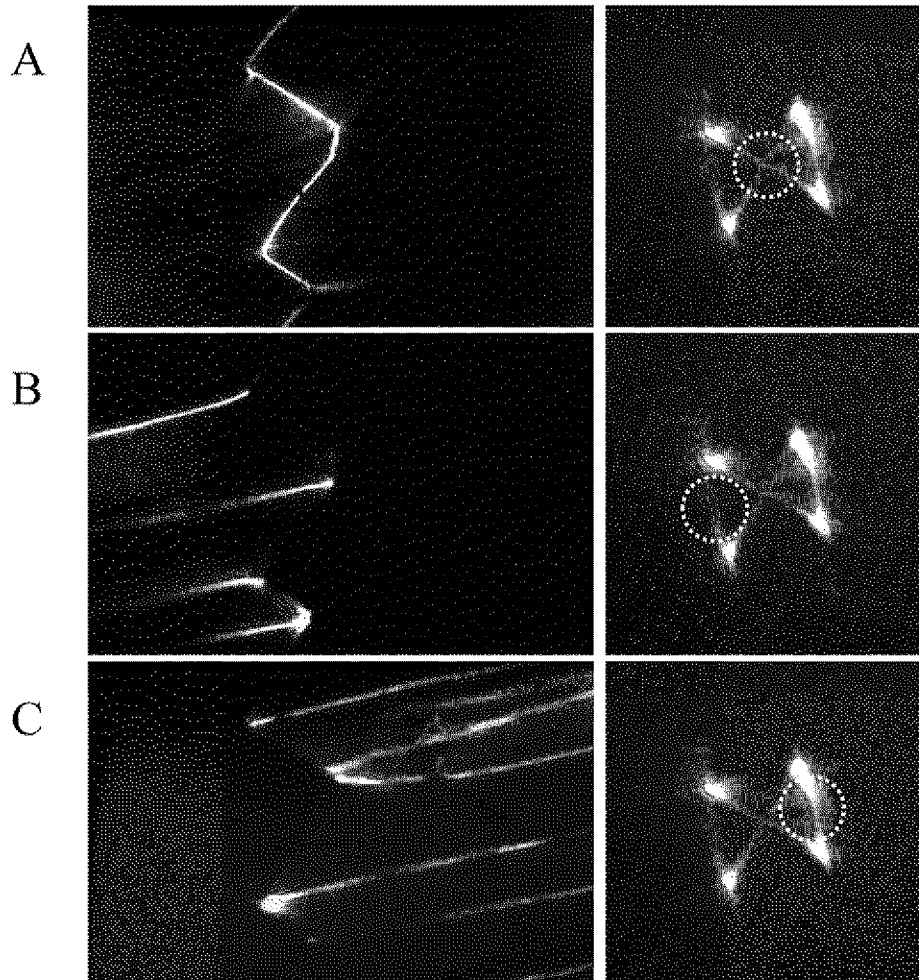


C



[図23]

図23



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/063016

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01J37/295(2006.01)i, G01N23/04(2006.01)i, H01J37/09(2006.01)i,
H01J37/147(2006.01)i, H01J37/153(2006.01)i, H01J37/24(2006.01)i,
H01J37/244(2006.01)i, H01J37/26(2006.01)i, H01J37/28(2006.01)n

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)

H01J37/295, G01N23/04, H01J37/09, H01J37/147, H01J37/153, H01J37/24,
H01J37/244, H01J37/26, H01J37/28

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	1996-2014
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2014	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2014

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 2012-199022 A (Osaka Prefecture University), 18 October 2012 (18.10.2012), entire text; all drawings (Family: none)	1-16
A	JP 4-137344 A (JEOL Ltd.), 12 May 1992 (12.05.1992), entire text; all drawings (Family: none)	1-16
A	WO 2013/046277 A1 (Hitachi, Ltd.), 04 April 2013 (04.04.2013), entire text; all drawings (Family: none)	1-16

☒ 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
03 July, 2014 (03.07.14)

Date of mailing of the international search report
15 July, 2014 (15.07.14)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/063016

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2011-40217 A (Hitachi, Ltd.), 24 February 2011 (24.02.2011), entire text; all drawings & US 2011/0031395 A1 & EP 2315232 A2	1-16
A	JP 2010-540895 A (Centre National de la Recherche Scientifique), 24 December 2010 (24.12.2010), entire text; all drawings & US 2010/0252735 A1 & EP 2193360 A2 & WO 2009/068763 A2 & FR 2921477 A1 & FR 2931261 A1	1-16

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. H01J37/295(2006.01)i, G01N23/04(2006.01)i, H01J37/09(2006.01)i, H01J37/147(2006.01)i, H01J37/153(2006.01)i, H01J37/24(2006.01)i, H01J37/244(2006.01)i, H01J37/26(2006.01)i, H01J37/28(2006.01)n

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（I P C））

Int.Cl. H01J37/295, G01N23/04, H01J37/09, H01J37/147, H01J37/153, H01J37/24, H01J37/244, H01J37/26, H01J37/28

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	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 4 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 4 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 4 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 2012-199022 A（公立大学法人大阪府立大学）2012.10.18, 全文、全図（ファミリーなし）	1 - 1 6
A	JP 4-137344 A（日本電子株式会社）1992.05.12, 全文、全図（ファミリーなし）	1 - 1 6
A	WO 2013/046277 A1（株式会社日立製作所）2013.04.04, 全文、全図（ファミリーなし）	1 - 1 6

☒ 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

0 3 . 0 7 . 2 0 1 4

国際調査報告の発送日

1 5 . 0 7 . 2 0 1 4

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）
郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5
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

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 2 2 6

2 G

4 0 7 3

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	JP 2011-40217 A (株式会社日立製作所) 2011.02.24, 全文、全図 & US 2011/0031395 A1 & EP 2315232 A2	1 - 1 6
A	JP 2010-540895 A (サントル ナショナル ドゥ ラ ルシエルシ ュ シアンティフィク) 2010.12.24, 全文、全図 & US 2010/0252735 A1 & EP 2193360 A2 & WO 2009/068763 A2 & FR 2921477 A1 & FR 2931261 A1	1 - 1 6