

(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
2010年8月19日(19.08.2010)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2010/092747 A1

- (51) 国際特許分類:
H01J 37/20 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2010/000282
- (22) 国際出願日: 2010年1月20日(20.01.2010)
- (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 2009-032124 2009年2月16日(16.02.2009) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 株式会社 日立ハイテクノロジーズ(HITACHI HIGH-TECHNOLOGIES CORPORATION) [JP/JP]; 〒1058717 東京都港区西新橋一丁目24番14号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 矢口紀恵(YAGUCHI, Toshie) [JP/JP]; 〒3128504 茨城県ひたちなか市大字市毛882番地 株式会社 日立ハイテクノロジーズ 那珂事業所内 Ibaraki (JP). 長久保康平(NAGAKUBO, Yasuhira) [JP/JP]; 〒3128504 茨城県ひたちなか市大字市毛882番地 株式会社 日立ハイテクノロジーズ 那珂事業所内 Ibaraki (JP). 上野武夫(KAMINO,

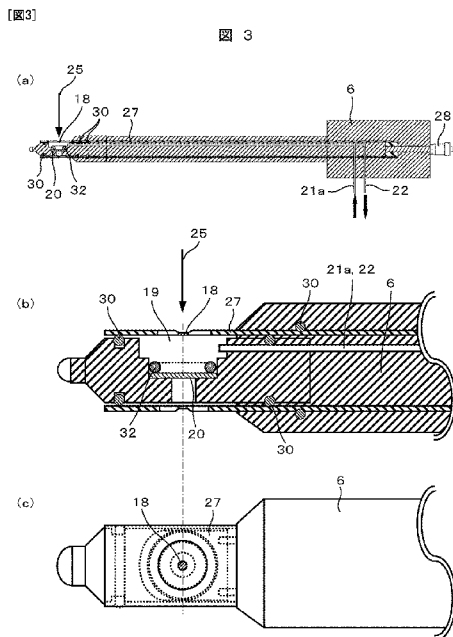
Takeo) [JP/JP]; 〒3128504 茨城県ひたちなか市大字市毛882番地 株式会社 日立ハイテクノロジーズ 那珂事業所内 Ibaraki (JP). 渡部明(WATABE, Akira) [JP/JP]; 〒3128504 茨城県ひたちなか市大字市毛882番地 株式会社 日立ハイテクノロジーズ 那珂事業所内 Ibaraki (JP).

- (74) 代理人: 井上学(INOUE, Manabu); 〒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, 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, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ

[続葉有]

(54) Title: ELECTRON BEAM DEVICE AND SAMPLE HOLDING DEVICE FOR ELECTRON BEAM DEVICE

(54) 発明の名称: 電子線装置および電子線装置用試料保持装置



(57) Abstract: Provided are an electron beam device which can observe a reaction of a sample with gas at a high resolution while the gas atmosphere is maintained even if a thin diaphragm is used, and a sample holding device for the electron beam device. The electron beam device is provided with a function for evacuating an electron beam irradiating portion having a mirror body, a sample chamber, and an observation chamber, separately. A sample holding means is provided with a gas supply means for supplying gas to a sample, and an evacuation means for evacuating. Diaphragms are disposed above and below the sample, to define a cell by isolating the gas atmosphere from the vacuum of the sample chamber, and hermetically sealing the atmosphere around the sample. Further, a mechanism for injecting gas to the outside of the diaphragms is provided within the sample chamber. Gases having a low electron beam scattering power, for example, hydrogen, oxygen, nitrogen, etc., are used as the gas injected to the outside of the diaphragms. The diaphragms are composed of an amorphous film composed of a light element, such as a carbon film, an oxidized film, and a nitride film.

(57) 要約: 本発明の目的は、薄い隔膜でもガス雰囲気を持続した状態で試料とガスの反応が高分解能で観察可能な電子線装置および電子線装置用試料保持装置を提供することにある。上記の課題の一つを解決するため、本発明では、鏡体の電子線照射部と試料室および観察室を別個に排気する機能を備えた電子線装置において、試料保持手段に、試料にガスを供給するガス供給手段、および排気する排気手段を備え、ガス雰囲気と試料室の真空を隔離、試料周囲の雰囲気気を密閉したセルを構成するために、試料の上下に隔膜を配し、さらに、前記試料室内部に、前記隔膜の

外側にガスを噴射する機構を備えた。隔膜の外側に噴射するガスは、電子線散乱能が低いガス、例えば水素、酸素、窒素などを用いた。隔膜の材質は電子線が透過可能なカーボン膜、酸化膜、窒化膜などの軽元素で構成される非晶質膜とした。



(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, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ,
CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN,
TD, TG).

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： 電子線装置および電子線装置用試料保持装置

技術分野

[0001] 本発明は、電子線を用いて試料の観察を行う電子線装置および電子線装置用試料保持装置に係り、特に、試料室内部に隔膜で試料を包含する雰囲気ガスの微小ガス空間（環境セル）をつくり、環境セル内での圧力を正確に制御し、高圧ガス雰囲気中での反応プロセスや反応直後の高分解能観察と高感度分析を行うことが可能な電子線装置および電子線装置用試料保持装置に関する。

背景技術

[0002] 電子線装置において、常温で試料を観察するほかに、高温に加熱、あるいは冷却して試料の変化を観察する方法がある。また、より実際の条件に近づけるために反応ガス雰囲気中での、その変化の様子を観察する方法がある。

[0003] ガス雰囲気中での観察については、特許文献1、特許文献2に記載のように、試料を2枚のグリッドで挟み込み、その間にガスを導入、排気する機構を試料ホルダに設ける方法がある。また、特許文献3に記載のように試料周りに筒状のカバーを設けそのカバーに2つの電子線が通過する隔膜を張った穴を設ける方法がある。

[0004] 高温、特定雰囲気下での試料の反応をリアルタイムで観察する電子顕微鏡としては、特許文献4に記載のように、試料ホルダに、試料を気密に保持するための薄膜で真空と仕切られた試料室と、前記試料室にガスを導入するためのパイプおよび試料加熱機構を設け、試料を特定雰囲気下に保った状態において試料を加熱し、種々の反応を観察する方法がある。

[0005] また、特許文献5に記載のように、試料を加熱するヒータと対抗するようにガスを吹き付けるためのキャピラリーチューブを設け、高温でのガス反応を観察する方法がある。

[0006] また、別の従来技術では、特許文献6のように試料保持部周辺に試料を冷

却する冷媒を収容する冷媒溜が設けられ、試料を冷却し観察する方法がある。

[0007] また、別の従来技術では、特許文献 7，特許文献 8，特許文献 9 に記載のように、荷電粒子ビーム装置に試料を加熱する機構と反応部位にガスを吹き付けることによって急冷する機構を備え、反応プロセスを観察、その後、観察部位を集束イオンビームにより切り出し透過電子顕微鏡観察する方法がある。

先行技術文献

特許文献

- [0008] 特許文献1：特開 2 0 0 0 － 1 3 3 1 8 6 号公報
特許文献2：特開平 9 － 1 2 9 1 6 8 号公報
特許文献3：米国特許第 5 3 2 6 9 7 1 号公報
特許文献4：特開昭 5 1 － 2 6 7 号公報
特許文献5：特開 2 0 0 3 － 1 8 7 7 3 5 号公報
特許文献6：特開 2 0 0 0 － 2 0 8 0 8 3 号公報
特許文献7：特開 2 0 0 1 － 3 0 5 0 2 8 号公報
特許文献8：特開 2 0 0 5 － 1 9 0 8 6 4 号公報
特許文献9：特開 2 0 0 8 － 1 0 8 4 2 9 号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] 上記従来技術において、ガス雰囲気と真空を仕切り、試料のガス反応を観察するために、電子線が通過する隔膜の保護については配慮されておらず、高い圧力での観察には、隔膜が破れてしまうという問題があった。また、隔膜の破れるのを防ぐために厚い隔膜を用いた場合、電子線が散乱されてしまうために像にボケが生じるという問題があった。

[0010] 本発明の目的は、薄い隔膜でもガス雰囲気を保持した状態で試料とガスの反応が高分解能で観察可能な電子線装置および電子線装置用試料保持装置を

提供することにある。

課題を解決するための手段

[0011] 上記の課題の一つを解決するため、本発明では、鏡体の電子線照射部と試料室および観察室を別個に排気する機能を備えた電子線装置において、試料保持手段に、試料にガスを供給するガス供給手段、および排気する排気手段を備え、ガス雰囲気と試料室の真空を隔離、試料周囲の雰囲気を密閉したセルを構成するために、試料の上下に隔膜を配し、さらに、前記試料室内部に、前記隔膜の外側にガスを噴射する機構を備えた。

[0012] 隔膜の外側に噴射するガスは、電子線散乱能が低いガス、例えば水素、酸素、窒素などを用いた。

[0013] 隔膜の材質は電子線が透過可能なカーボン膜、酸化膜、窒化膜などの軽元素で構成される非晶質膜とした。

発明の効果

[0014] 本発明によれば、電子線装置を用いて、試料室内部に隔膜で試料を包含する雰囲気ガスの微小ガス空間（環境セル）をつくり、薄い隔膜でもガス雰囲気を保持した状態で試料とガスの反応が高分解能で観察可能となる。

図面の簡単な説明

[0015] [図1]本発明の一実施例である電子線装置 1 および電子線装置用試料保持装置 6 の基本構成図。

[図2]一実施例の電子線試料室 1 4 および電子線装置用試料保持装置 6 の構成図。

[図3]一実施例の電子線装置用試料保持装置 6 の構成図、（a）電子線装置用試料保持装置全体断面図、（b）電子線装置用試料保持装置先端断面図、（c）電子線装置用試料保持装置先端上面図。

[図4]一実施例の電子線装置用試料保持装置 6 の動作説明図、（a）電子線装置用試料保持装置 6 全体断面図、（b）電子線装置用試料保持装置 6 先端断面図、（c）電子線装置用試料保持装置 6 先端上面図。

[図5]一実施例の電子線装置用試料保持装置 6 の先端断面図。

[図6]一実施例の電子線装置用試料保持装置 6 の動作説明図。

[図7]一実施例の電子線装置用試料保持装置 6 電子線装置用試料保持装置断面図及びその上面図。

[図8]一実施例の電子線装置用試料保持装置 6、（a）電子線装置用試料保持装置断面図、（b）電子線装置用試料保持装置上面図。

[図9]一実施例の電子線装置用試料保持装置 6、（a）電子線装置用試料保持装置断面図、（b）電子線装置用試料保持装置上面図。

[図10]一実施例の電子線装置用試料保持装置 6、（a）電子線装置用試料保持装置断面図、（b）電子線装置用試料保持装置上面図。

[図11]一実施例の電子線装置用試料保持装置 6 の説明図。

[図12]一実施例の電子線装置用試料保持装置 6。

[図13]一実施例の電子線装置用試料保持装置 6、（a）電子線装置用試料保持装置断面図、（b）電子線装置用試料保持装置上面図。

[図14]一実施例の電子線試料室 1 4 および電子線装置用試料保持装置 6 の構成図。

[図15]一実施例の電子線装置用試料保持装置 6 の使用説明図。

発明を実施するための形態

[0016] 図 1 に本発明の一実施例である電子線装置 1 および電子線装置用試料保持装置 6 の基本構成図を示す。電子線装置 1 の鏡体は、電子銃 2、コンデンサーレンズ 3、対物レンズ 4、投射レンズ 5 により構成されている。コンデンサーレンズ 3、対物レンズ 4 の間には、電子線装置用試料保持装置 6 が挿入される。投射レンズ 5 の下方には、蛍光板 7 が、蛍光板 7 の下には、TV カメラ 8 が装着されている。TV カメラ 8 は、画像表示部 9 に接続されている。TV カメラ 8 の下部には、EELS 検出器 10 が取り付けられ、EELS 制御部 11 に接続されている。電子線装置用試料保持装置 6 上方には、EDX 検出器 12 が装備されており、EDX 制御部 13 に接続されている。

[0017] 電子銃 2 近傍、コンデンサーレンズ 3 近傍、電子線試料室 1 4、観察室 1 5 はそれぞれ、バルブ 1 6 を介して、異なる真空ポンプ 1 7 に接続されてい

る。電子線装置用試料保持装置 6 にはカーボンや酸化物、窒化物などのアモルファスで形成された隔膜 18 で密封されたセル 19 内部に試料 20 が装填されており、ガス導入管 21 a 先端部およびガス排気管 22 先端部がセル 19 内部に挿入されている。

[0018] ガス導入管 21 a はガス圧コントロールバルブ 23 a を介してガス貯蔵部 24 a に接続されている。ガス排気管 22 はバルブ 16 を介して真空ポンプ 17 に接続されている。また、電子線試料室 14 には、隔膜 18 部分セル外部にガスを吹き付けられるように、ガス導入管 21 b 先端部が挿入されガス圧コントロールバルブ 23 b を介してガス貯蔵部 24 b に接続されている。

[0019] 電子銃 2 から発生した電子線 25 はコンデンサーレンズ 3 により収束され試料 20 に照射される。試料 20 を透過した電子線 25 は対物レンズ 4 により結像され、投射レンズ 5 により拡大、蛍光板 7 上に投影される。または、蛍光板 7 を持ち上げ、TV カメラ 8 に投影し、画像表示部 9 に透過像が表示される。

[0020] 図 2 に一実施例の電子線試料室 14 構成図および電子線装置用試料保持装置 6 の一部拡大図を示す。ガス導入管 21 a からガス圧コントロールバルブ 23 a でセル 19 内部のガス圧を調整し、ガス内部での試料 20 の観察を行う。セル 19 内部のガスの排気は、ガス排気管 22 から真空ポンプ 17 により排気する。

[0021] この際、電子線試料室 14 にも、ガス導入管 21 b からガスを吹き付けることにより、セル 19 内外の圧力差を軽減し、隔膜 18 を保護することにより、セル 19 内部の圧力を高めに設定しても隔膜 18 が破れないようにする。

[0022] また、電子線試料室 14 と電子銃 2 の間には絞りを儲けた壁で区切られた中間室 26 を有し、異なる真空ポンプ 17 で排気することにより、ガスが直接電子銃 2 に到達し、電子銃 2 を破損するのを防ぐことが可能である。

[0023] 隔膜の材質は電子線が透過可能なカーボン膜、酸化膜、窒化膜などの軽元素で構成される非晶質膜とした。

- [0024] 隔膜の外側に噴射するガスは、電子線散乱能が低いガス、例えば、水素、酸素、窒素などを用いた。
- [0025] 図3に一実施例の隔膜を水平方向に移動可能な電子線装置用試料保持装置6の全体断面図(a)、先端断面図(b)、先端上面図(c)を示す。隔膜18は隔膜駆動部27に取り付けられており、隔膜駆動部27は電子線装置1の鏡体外のマイクロメータ28に接続されており、マイクロメータ28を回転することにより隔膜駆動部27を水平移動可能である。試料20は、直径3mm程度のグリッドなどに固定あるいは、直径3mm程度の円板状に打ち抜かれた形状で、セル19内にリングバネ32で固定されている。隔膜駆動部27と電子線装置用試料保持装置6本体にはOリング30が介在しており、電子線25通過部分に隔膜18部分が配置するように隔膜駆動部27をセットすることによりセル19内の雰囲気気を外部と遮断することが可能である。セル19内部にガス導入管21aからガスを導入し、ガス雰囲気での試料20を観察可能である。
- [0026] 図4を用いて、隔膜部を可動にした実施例について説明する。
- [0027] 従来技術では、隔膜部の移動については考慮されておらず、反応後の試料のEDX分析やEELS分析は不可能であった。また、反応のためのガス雰囲気の交換を短時間で行うことが困難であるという問題があった。
- [0028] 図4に一実施例のセル19を開放するように隔膜駆動部27を移動した場合の電子線装置用試料保持装置6の全体断面図(a)、先端断面図(b)、先端上面図(c)を示す。セル19の開放は電子線装置1の鏡体外からマイクロメータ28を回転することにより可能であり、ガス反応後のセル19内部のガス排気を短時間で可能であり、その後、視野を失うことなく隔膜18やガスにより阻害されていた高分解能透過像観察、EDX分析、EELS分析を迅速に行うことが可能となる。
- [0029] 図4では上下の隔膜18が同時に移動するような構造であるが、片方あるいは、両方の隔膜18が別個に水平移動するようにマイクロメータ28を備えてもよい。

- [0030] 図5では、隔膜を垂直方向に移動可能な実施例について説明する。
- [0031] 従来技術では、ガス空間と試料の距離の調節については考慮されていないために、セル中のガス圧力が高い場合には、ガスによる電子線の散乱により、高分解能観察が困難であるという問題があった。
- [0032] 図5（a, b, c）に一実施例の隔膜18を垂直方向に移動可能な電子線装置用試料保持装置6（試料ホルダ）の先端断面図を示す。
- [0033] 隔膜18は押さえ31に固定され、押さえ31と隔膜稼働部27の接触部にはネジが切っており、隔膜18は垂直方向に移動することが可能である（a）。
- [0034] また、電子線装置用試料保持装置6本体中央部分にもネジをきることによって、隔膜18をより試料20により近づけることが可能である（b）。これにより、ガス容積を小さくし電子線の散乱を抑え、より高分解能観察を行うことが可能である。
- [0035] さらに、試料20に対して下方の隔膜18を電子線装置用試料保持装置6本体中央部分にセットし、上部隔膜18は隔膜駆動部27にセットすることによって、上部隔膜18のみ移動することが可能である。これにより、隔膜18でセル19を密封した際も、セル19の容積が少なくでき、ガスの容積も抑えることができ高分解能観察が可能である。さらに反応後は、上部隔膜18を水平移動させ、セル19を開放することによって、セル19内の排気が短時間で行え、反応直後の高分解能観察および、より感度の高いEDX分析、EELS分析が可能となる（c）。
- [0036] 図6に隔膜18を垂直方向に移動する場合の説明図を示す。隔膜18が取り付けられた押さえ31にはリング30が取り付けられ、セル19内部と外部と遮断している。隔膜18の移動には特殊ドライバー33を用い、特殊ドライバー33に設けた突起部を押さえ31に設けた穴に差込回転させることにより、隔膜18を取り付けた押さえ31を上下に移動させる。
- [0037] 図7を用いて、試料の加熱機構について説明する。
- [0038] 図7に一実施例の電子線装置用試料保持装置6の先端断面図（a-1, b

ー 1), 先端上面図 (a-2, b-2) を示す。電子線装置用試料保持装置 6 のセル 19 内部にヒータ 34 が電子線装置用試料保持装置 6 にネジ 35 で固定されている。ヒータ 34 はリード線 36 を介して電子線装置 1 鏡体外の加熱電源 37 に接続している。試料 20 は粉体であり、ヒータ 34 に直接付着している。密閉されたセル 19 内部に、ガス導入管 21a よりガスを導入し、その後ヒータ 34 に電流を流すことにより、試料 20 が直接加熱され、ガス反応が生じ、その様子を観察することが可能となる (a-1, 2)。

[0039] その後ヒータ 34 に電流を流したまま、ガスを排気し、上下隔膜 18 を水平移動させ、セル 19 を開放することによって、試料 20 の同一視野の反応直後の高分解能観察が可能である。また、電子線 25 を絞って、微小領域の EELS 分析を行う際も、空間分解能が高く、かつ隔膜 18 の影響のない分析が可能となる (b-1, 2)。

[0040] 図 8 を用いて、加熱した試料への蒸着について説明する。

[0041] 図 8 に一実施例の電子線装置用試料保持装置 6 の先端断面図 (a), 先端上面図 (b) を示す。電子線装置用試料保持装置 6 の先端部には試料 20, 加熱用ヒータ 34a の他に、試料 20 に異なる金属などを蒸着するために別の蒸着用ヒータ 34b が電子線装置用試料保持装置 6 にネジ 35b で固定されている。蒸着用ヒータ 34b は隔膜 18 で密閉されたセル 19 内部に設置される。蒸着用ヒータ 34b はリード線 36b に接続され、試料 20 加熱とは別の加熱電源にリード線 36b を介し、接続される。蒸着用ヒータ 34b には、蒸着用の金属 38 が直接付着されている。蒸着用ヒータ 34b を加熱することによりヒータ 34b 上の蒸着用の金属 38 が試料 20 へ蒸着される。

[0042] 図 9 に一実施例の電子線装置用試料保持装置 6 の先端断面図 (a), 先端上面図 (b) を示す。電子線装置用試料保持装置 6 の先端部には試料 20, 加熱用ヒータ 34a, 蒸着用ヒータ 34b の他に、直径 3mm 程度のグリッドなどに固定あるいは、直径 3mm 程度の円板状に打ち抜かれた試料 20b が装着されている。試料 20b はセル 19 内にリングバネ 32 で固定されている。

。これにより、加熱用ヒータ 34 a も蒸着源として使用することが可能で、異なる種類の蒸着源を試料 20 b に蒸着することが可能である。また、ヒータの輻射熱を利用して、試料 20 b を加熱することも可能である。

[0043] 図 10 に一実施例の電子線装置用試料保持装置 6 の先端断面図 (a)、先端上面図 (b) を示す。電子線装置用試料保持装置 6 の先端部に取り付けられた試料 20、加熱用ヒータ 34 にはリード線 36 を介して加熱電源 37 および液体窒素貯蔵部 39 に接続可能となっている。また、試料 20 近傍には熱電対 40 を設け温度測定が可能とする。試料 20 はヒータ 34 に直接付着されており、冷却棒 29 を介して液体窒素貯蔵部 39 に接続することにより、試料 20 およびヒータ 34 を冷却することが可能である。これにより、広い温度範囲での試料 20 の反応を観察可能である。

[0044] また、高温加熱および冷却による試料ドリフトが生じる場合の実施例について説明する。

[0045] 図 11 に、本実施例を用いて試料 20 を加熱した場合の説明図を示す。

[0046] 電子線装置 1 内の試料室 14 に電子線装置用試料保持装置 6 をセットした場合、対物レンズ 4 の磁界は垂直方向であるので、加熱電流の方向からヒータ 34 は水平方向のローレンツ力を受ける。

[0047] 図 12 に本実施例の電子線装置用試料保持装置 6 の先端上面図を示す。電子線装置用試料保持装置 6 の隔膜 18 の形状は、移動方向と長軸が合うような楕円形あるいは長方形とする。図 11 から、試料 20 加熱時のヒータ 34 および試料 20 の移動方向は水平方向となるため、移動しても、視野を逃すことなく観察することが可能である。

[0048] 図 13 に一実施例の電子線装置用試料保持装置 6 の先端断面図 (a)、先端上面図 (b) を示す。隔膜 18 で密閉されたセル 19 内部の電子線装置用試料保持装置 6 本体に微小圧力測定素子 41 を設け、電子線装置 1 外の圧力計 42 に接続されている。これにより、隔膜 18 で密閉されたセル 19 内部の圧力を直接測定することが可能である。

[0049] 図 14 に一実施例の電子線試料室 14 および電子線装置用試料保持装置 6

を示す。電子線試料室 14 は、電子線装置 1 内に備えられ、中心線で示した中央部を電子線が通過できる構造である。セル 19 内部の電子線装置用試料保持装置 6 本体に微小圧力測定素子 41a を設けた他に、セル 19 外部の電子線装置用試料保持装置 6 本体に別の微小圧力測定素子 41b を設ける。微小圧力測定素子 41b は、圧力計 42b に接続されている。これによりセル 19 内部の圧力のほかに、セル 19 外部近傍の電子線試料室 14 内部の圧力を測定することが可能である。

[0050] 図 15 に図 7 の実施例の電子線装置用試料保持装置 6 の使用説明図を示す。

- (1) 試料 20 を加熱用ヒータ 34a に付着させる。また、試料 20 に異なる蒸着用の金属 38 を蒸着用ヒータ 34b に付着させる。
- (2) 電子線装置用試料保持装置 6 を電子線試料室 14 に挿入する。
- (3) 隔膜 18 のない状態で試料 20 を観察する。必要があれば E D X 分析・E E L S 分析を行う。
- (4) 隔膜 18 により、セル 19 を密閉する。ガス例えば空気を導入し、セル 19 内の圧力を設定する。圧力が高いために隔膜 18 が破損する恐れのある場合、セル 19 外部すなわち電子線試料室 14 にもガスを導入する。
- (5) 試料 20 を加熱する。加熱による試料のガス反応を観察、分析する。
- (6) 反応後、加熱を停止。
- (7) 隔膜 18 を水平移動させ、セル 19 内外のガスを排気する。
- (8) 反応生成物高分解能観察、および分析する。

[0051] 以上のように、観察視野を保持したまま、電子線装置 1 から一度も試料 20 を出すことなく、自由にガス雰囲気での反応プロセスを観察可能で、さらに、高分解能観察、分析が可能である。

[0052] 上記の構成を組み合わせることにより、環境セル内での圧力を正確に制御し、高圧ガス雰囲気中あるいは液体中での反応プロセス、例えば高温ガス反応による結晶成長プロセス、酸化還元反応の観察、微小大気空間内での生物などの観察、また、高圧ガス雰囲気中での反応直後の高分解能観察と高感度

分析を行うことが可能となる。

符号の説明

- [0053] 1 電子線装置
- 2 電子銃
- 3 コンデンサーレンズ
- 4 対物レンズ
- 5 投射レンズ
- 6 電子線装置用試料保持装置
- 7 蛍光板
- 8 TVカメラ
- 9 画像表示部
- 10 EELS検出器
- 11 EELS制御部
- 12 EDX検出器
- 13 EDX制御部
- 14 電子線試料室
- 15 観察室
- 16 バルブ
- 17 真空ポンプ
- 18 隔膜
- 19 セル
- 20 試料
- 21 ガス導入管
- 22 ガス排気管
- 23 ガス圧コントロールバルブ
- 24 ガス貯蔵部
- 25 電子線
- 26 中間室

- 27 隔膜駆動部
- 28 マイクロメータ
- 29 冷却棒
- 30 オリング
- 31 押さえ
- 32 リングバネ
- 33 特殊ドライバー
- 34 ヒータ
- 35 ネジ
- 36 リード線
- 37 加熱電源
- 38 蒸着用の金属
- 39 液体窒素貯蔵部
- 40 熱電対
- 41 微小圧力測定素子
- 42 圧力計

請求の範囲

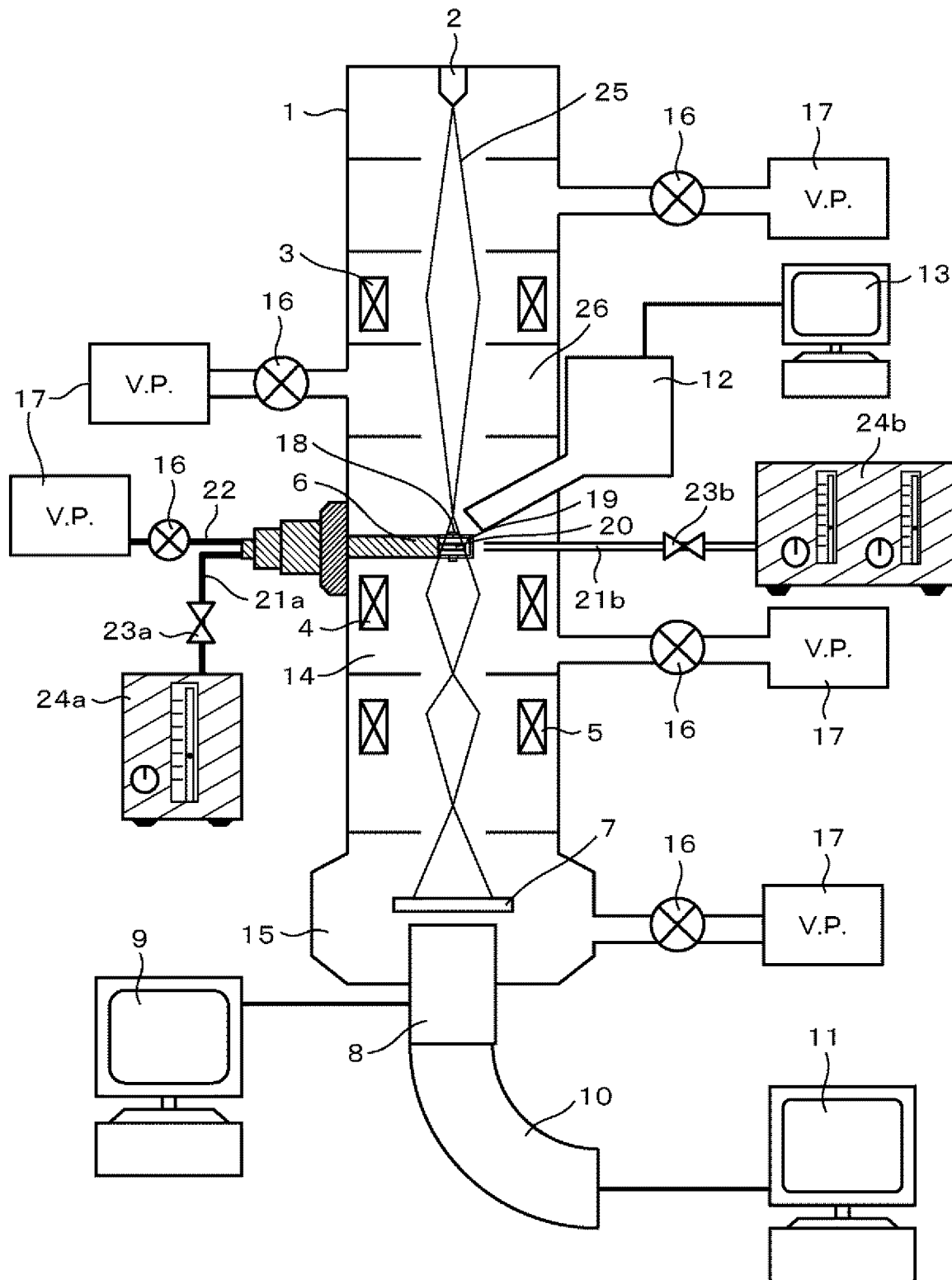
- [請求項1] 一次電子線を放出する電子源と、
前記電子源から放出される電子線を収束し、試料に照射する電子線制御手段と、
試料から発生した電子を検出する検出器と、
前記検出器からの信号に基づいて試料像を作成する制御手段と、前記試料像を表示する表示手段と、
前記試料を保持する試料保持手段と、
を備えた電子顕微鏡において、
前記試料保持手段に、前記試料にガスを供給するガス供給手段、および排気する排気手段を備え、
試料の上下に隔膜を配し、ガス雰囲気と試料室の真空を隔離し試料周囲の雰囲気を密閉したセルを構成し、
前記試料室内部に、前記隔膜の外側にガスを噴射する機構を備え、前記隔膜の外側に真空より高い圧力のガス層を作ることとを特徴とする電子線装置および電子線装置用試料保持装置。
- [請求項2] 請求項1記載の電子線装置において、隔膜の外側に噴射するガスは、電子線散乱能が低いガスであることにより、試料とガスの反応が高分解能で観察、分析が可能なことを特徴とする電子線装置。
- [請求項3] 請求項1記載の電子線装置用試料保持装置において、隔膜の材質は電子線が透過可能なカーボン膜、酸化膜、窒化膜などの軽元素で構成される非晶質膜であることを特徴とする電子線装置用試料保持装置。
- [請求項4] 請求項1記載の電子線装置用試料保持装置において、試料の上下に配した隔膜は、上下隔膜の両方或いは片方の隔膜が水平方向に移動可能な機構を有することを特徴とする電子線装置および電子線装置用試料保持装置。
- [請求項5] 請求項1記載の電子線装置用試料保持装置において、試料の上下に配した隔膜は、垂直方向に移動可能な機構を有することを特徴とする

電子線装置および電子線装置用試料保持装置。

- [請求項6] 請求項 1 記載の電子線装置および電子線装置用試料保持装置において、セル内に試料を加熱する機構を設けたことにより、試料加熱時におけるガス雰囲気中での試料の状態を観察可能な電子線装置および電子線装置用試料保持装置。
- [請求項7] 請求項 6 記載の電子線装置用試料保持装置において、試料を加熱する機構はらせん状ヒータであり、1 個あるいは複数個備え、試料を直接ヒータに付着させることで、ガス雰囲気中での試料加熱あるいは、一つのヒータに付着させた試料へ別のヒータに付着させた物質の蒸着が可能であることを特徴とする電子線装置および電子線装置用試料保持装置。
- [請求項8] 請求項 7 記載の電子線装置用試料保持装置において、らせん状ヒータに、冷却機構を連結したことを特徴とする電子線装置および電子線装置用試料保持装置。
- [請求項9] 請求項 7 記載の電子線装置用試料保持装置において、セルを構成する隔膜部の形状は長方形および楕円形とし、前記隔膜部の長手方向とヒータ軸が直交するように配置することを特徴とする電子線装置用試料保持装置。
- [請求項10] 請求項 1 記載の電子線装置用試料保持装置において、セル内にマイクロプレッシャーゲージを備えることを特徴とする電子線装置用試料保持装置。
- [請求項11] 請求項 1 記載の電子線装置および電子線装置用試料保持装置において、セル外部かつ隔膜近傍にマイクロプレッシャーゲージを備えたことを特徴とする電子線装置または電子線装置用試料保持装置。
- [請求項12] 請求項 1 記載の電子線装置および電子線装置用試料保持装置において、セル内部に液体を導入する機構を設けたことを特徴とする電子線装置または電子線装置用試料保持装置。

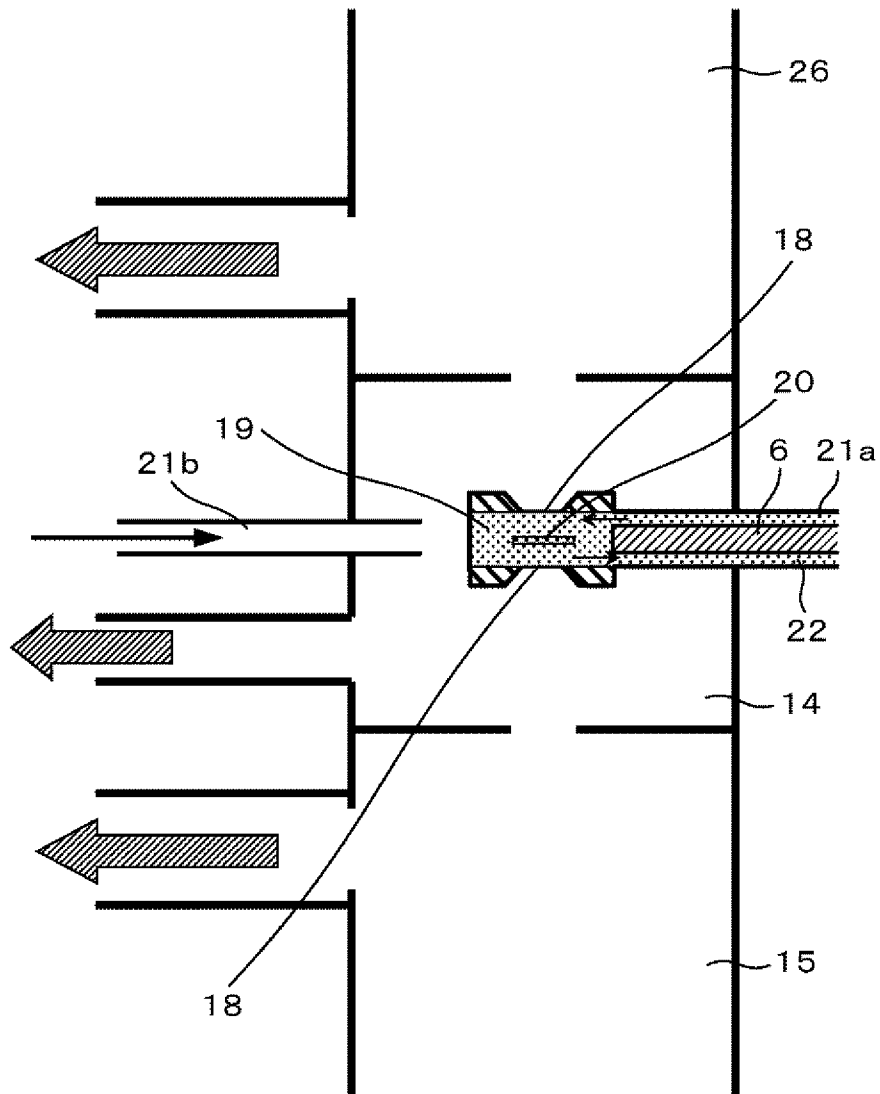
[図1]

図 1



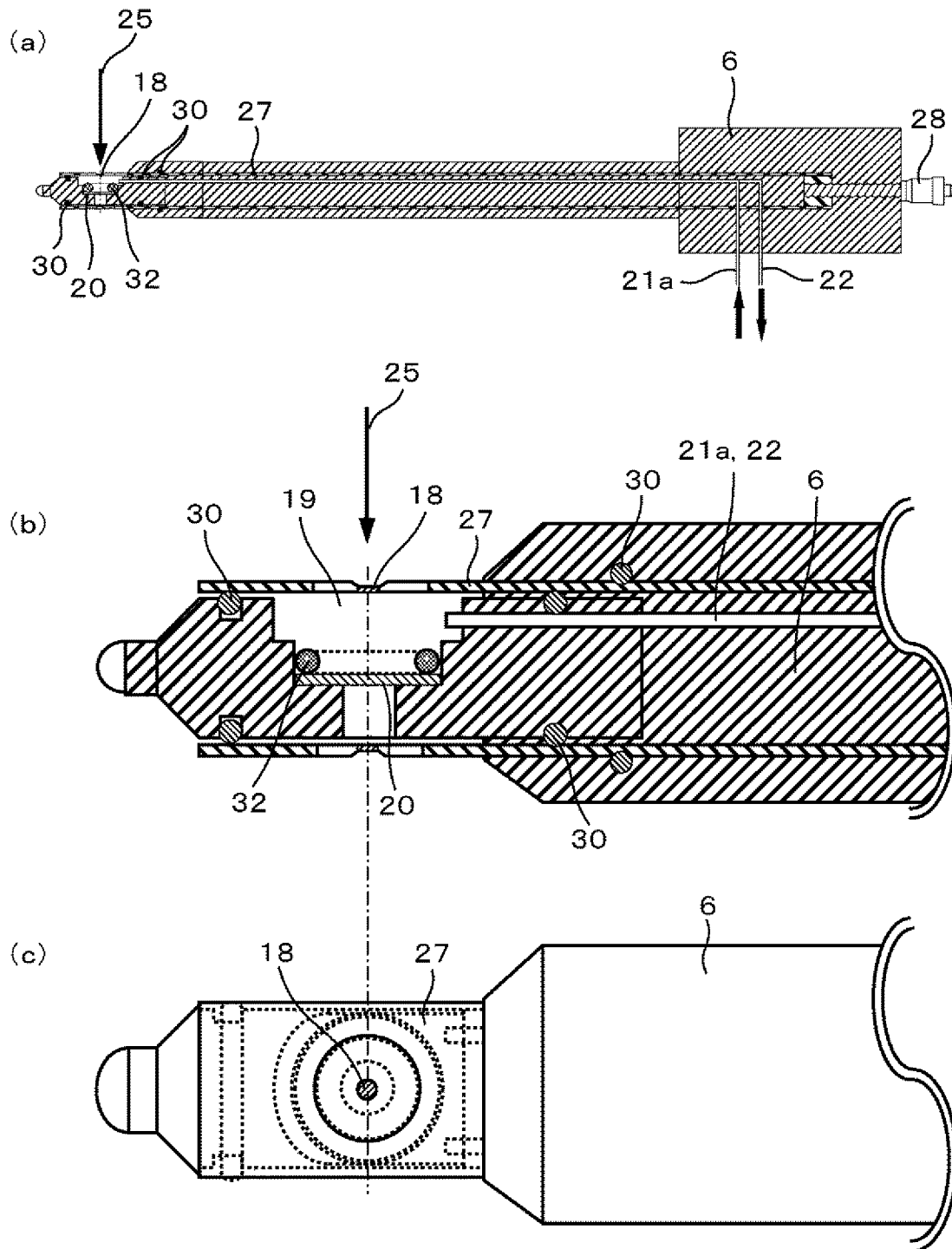
[図2]

図 2



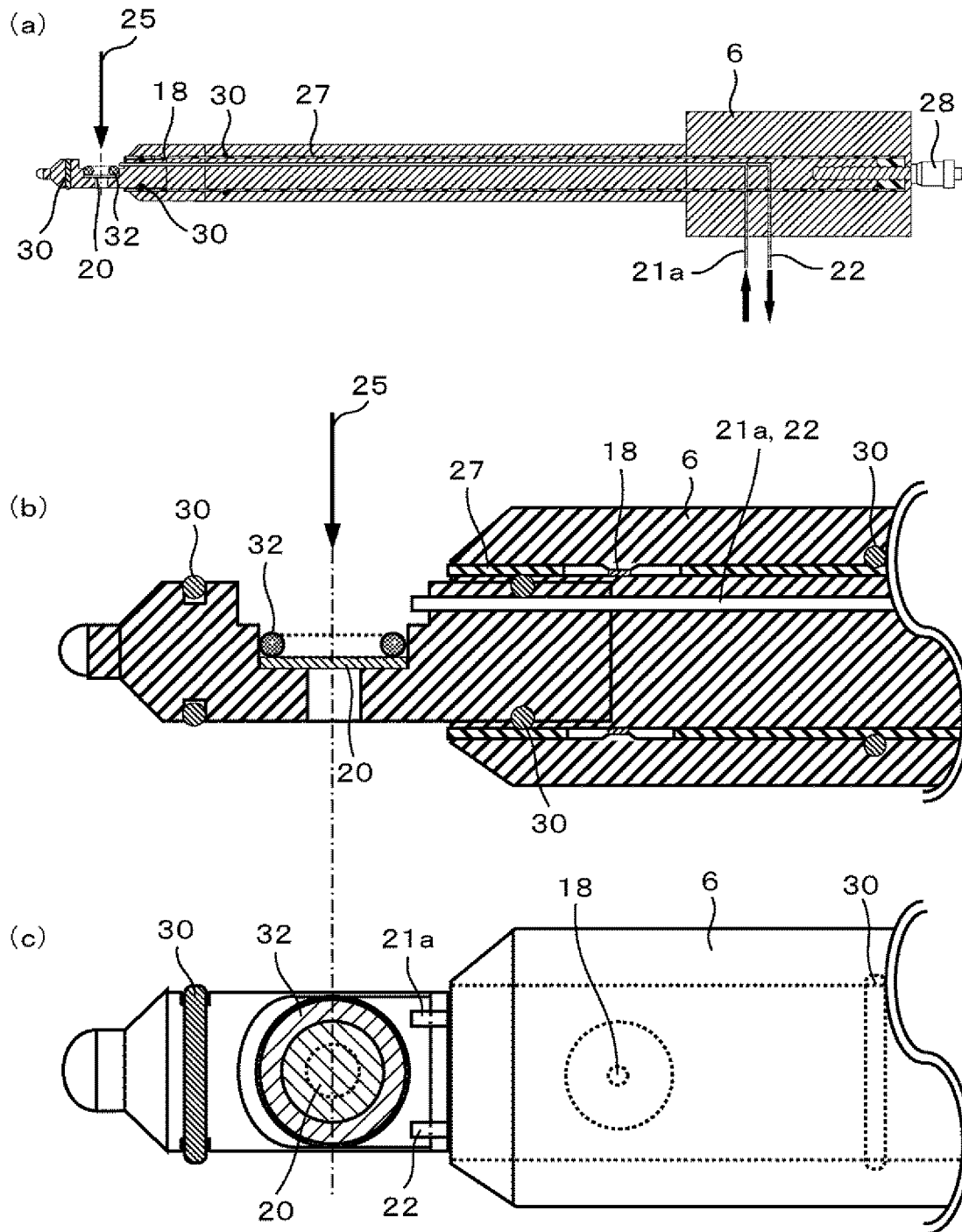
[図3]

図 3



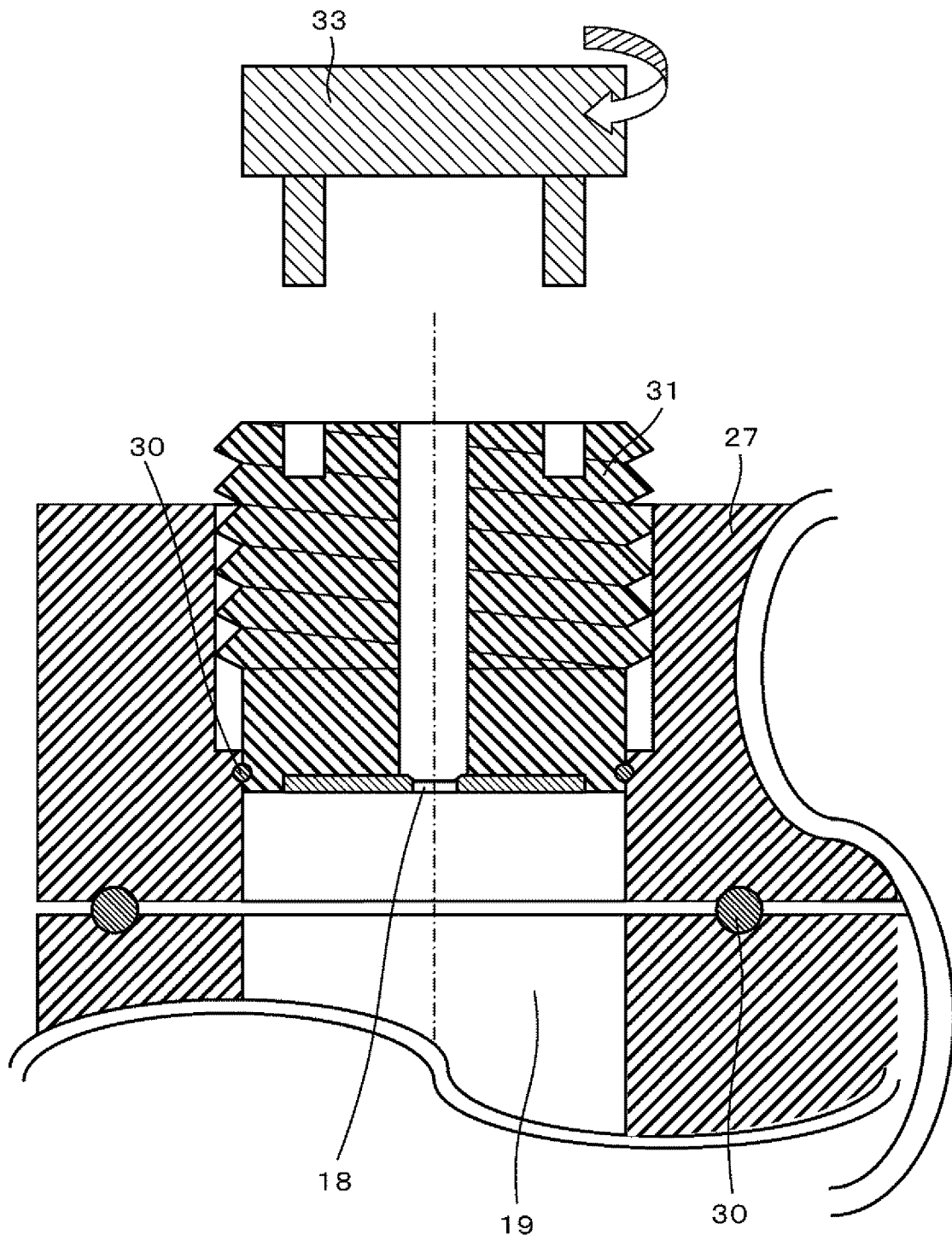
[図4]

図 4



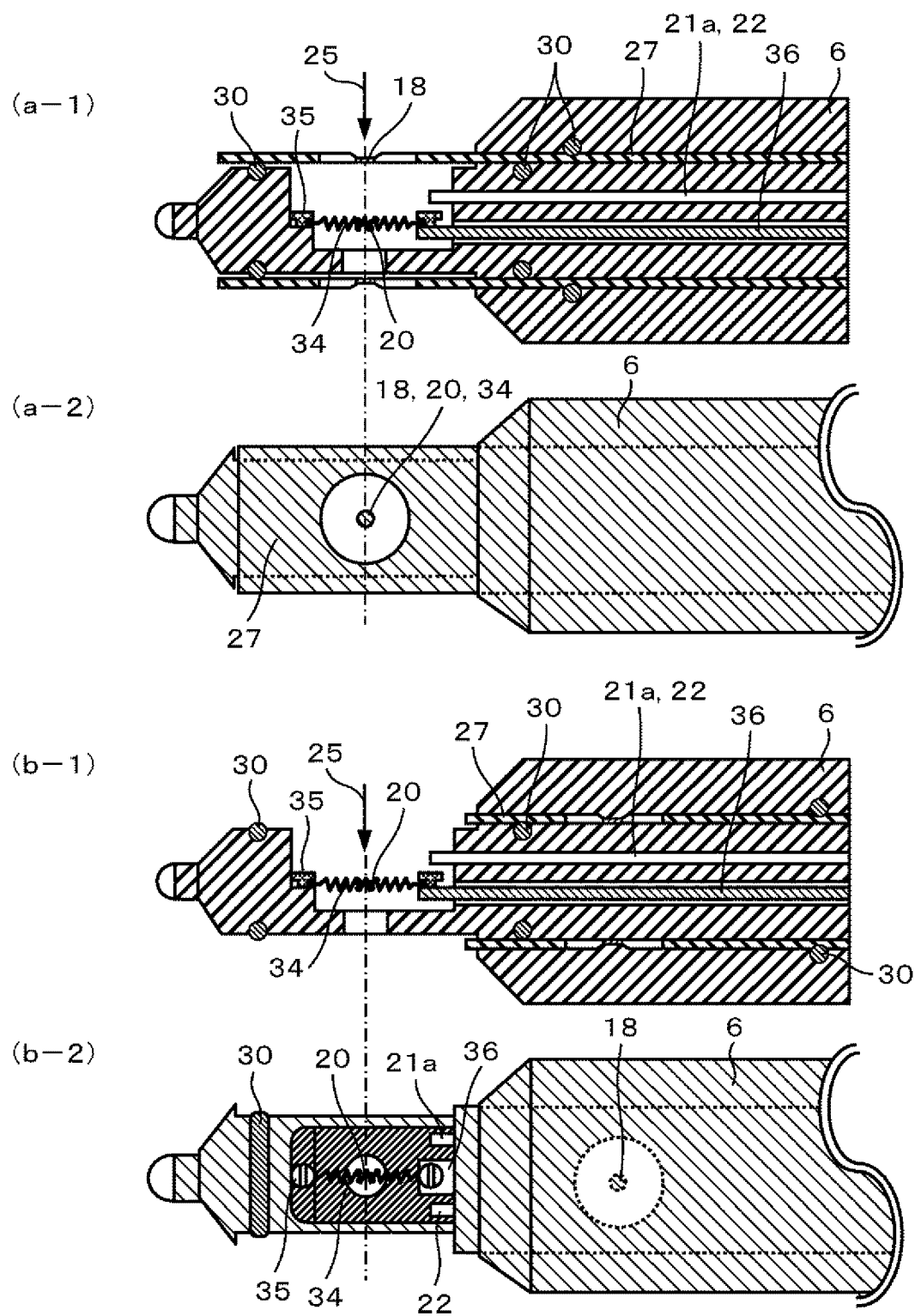
[図6]

図 6



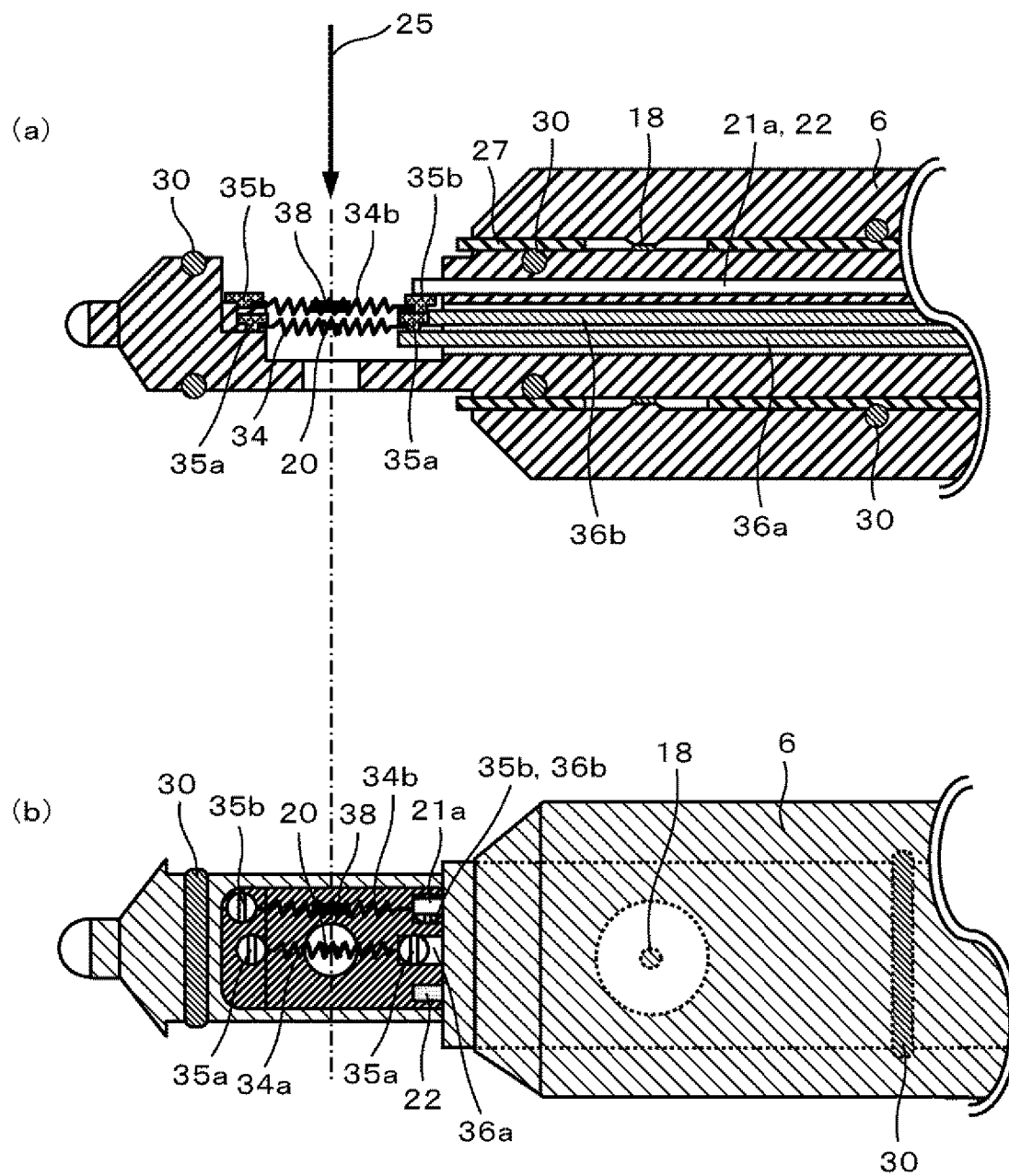
[図7]

図 7



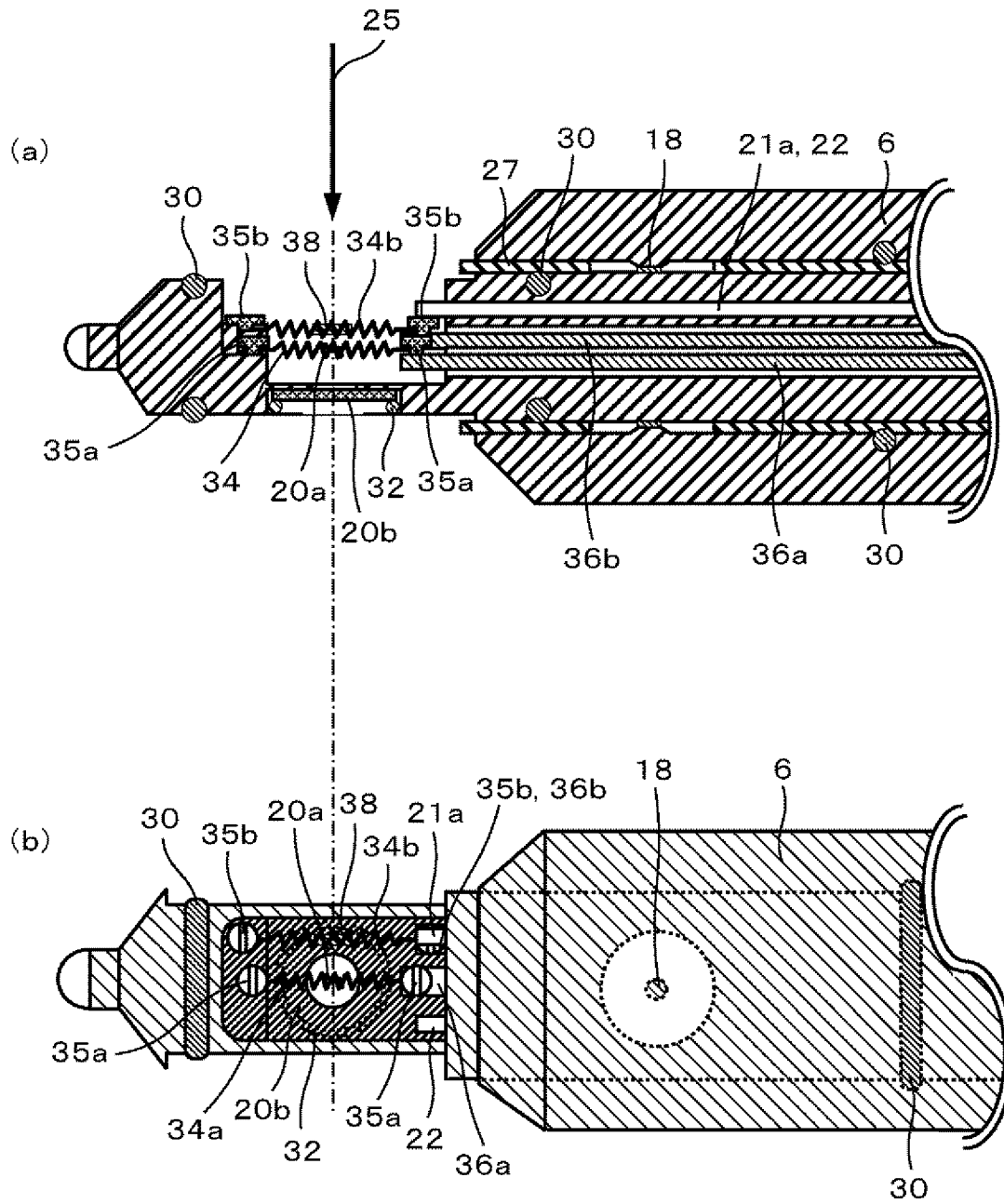
[図8]

図 8



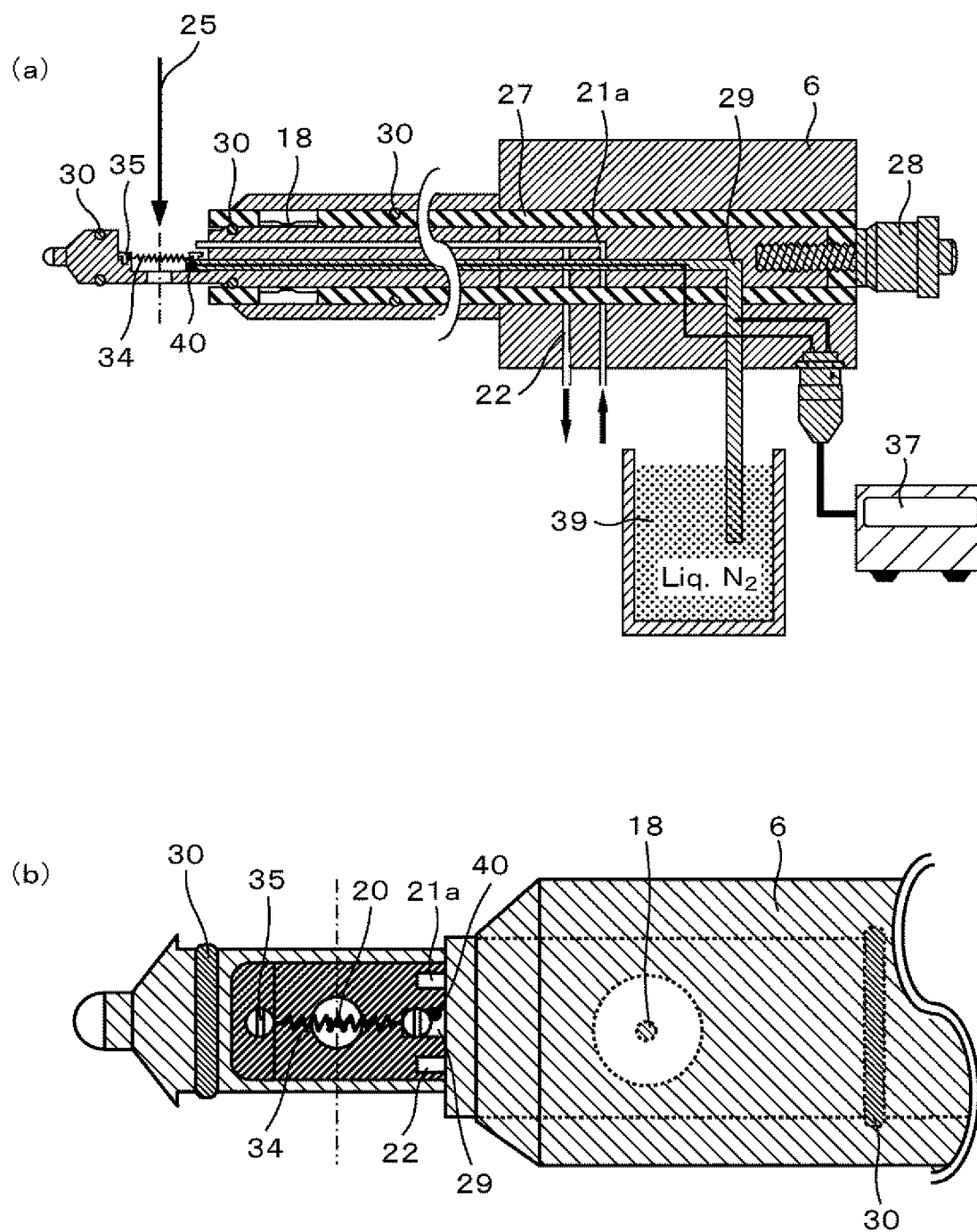
[図9]

図 9



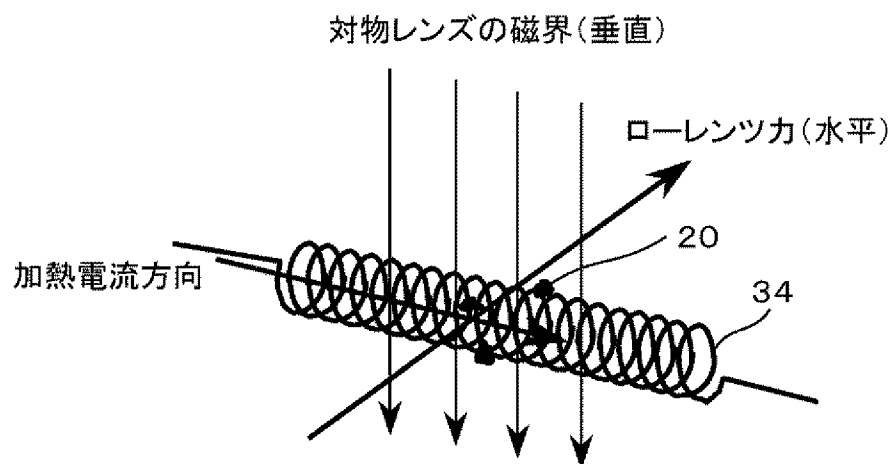
[図10]

図 10



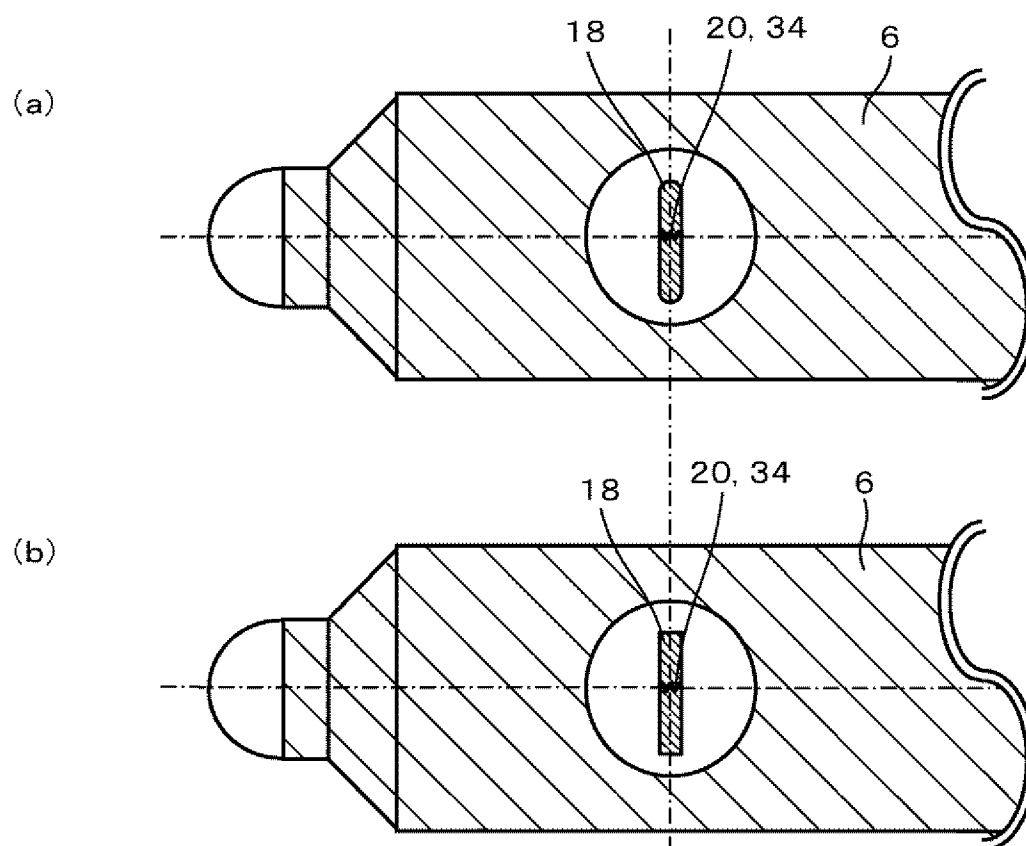
[図11]

図 11



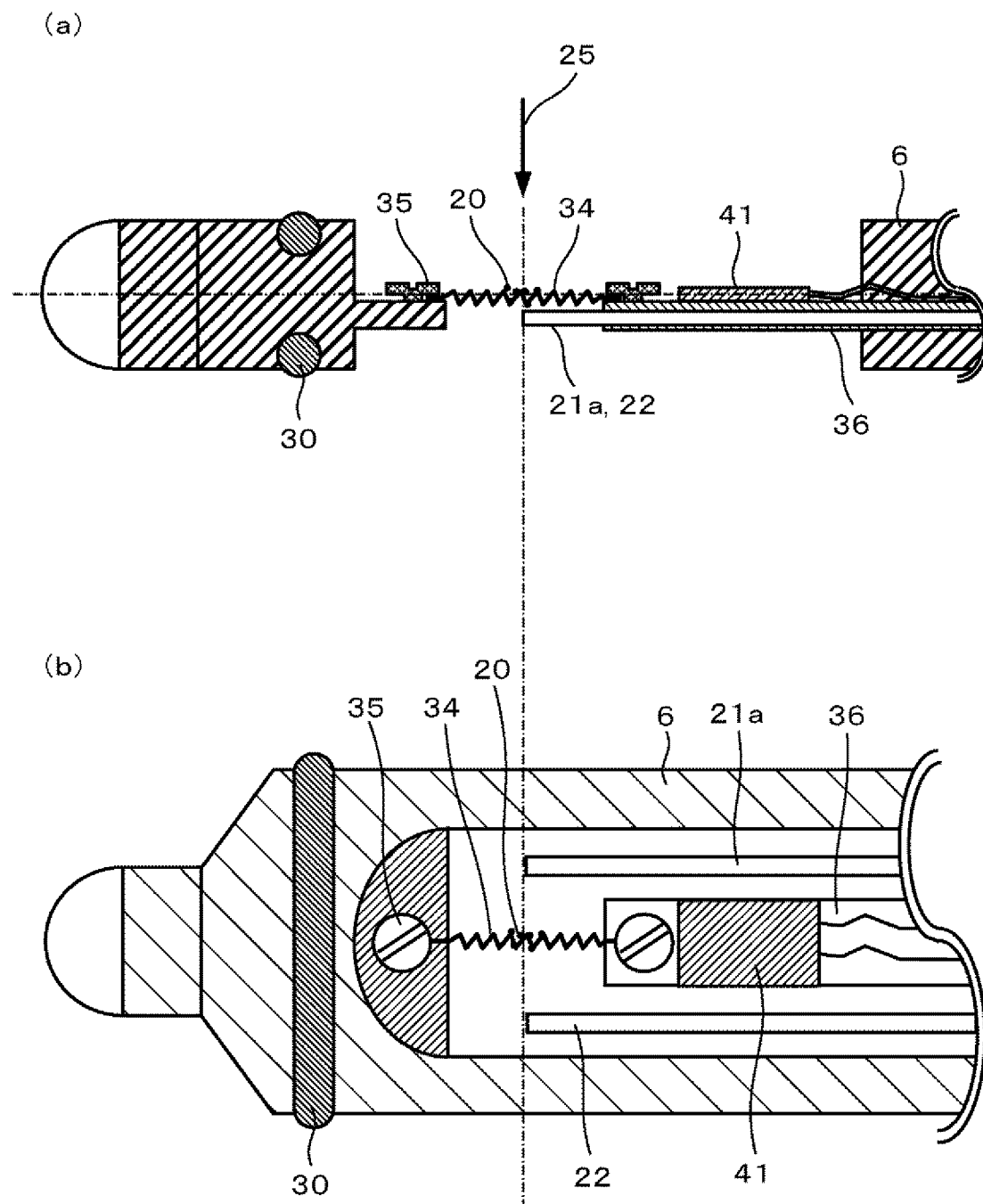
[図12]

図 12



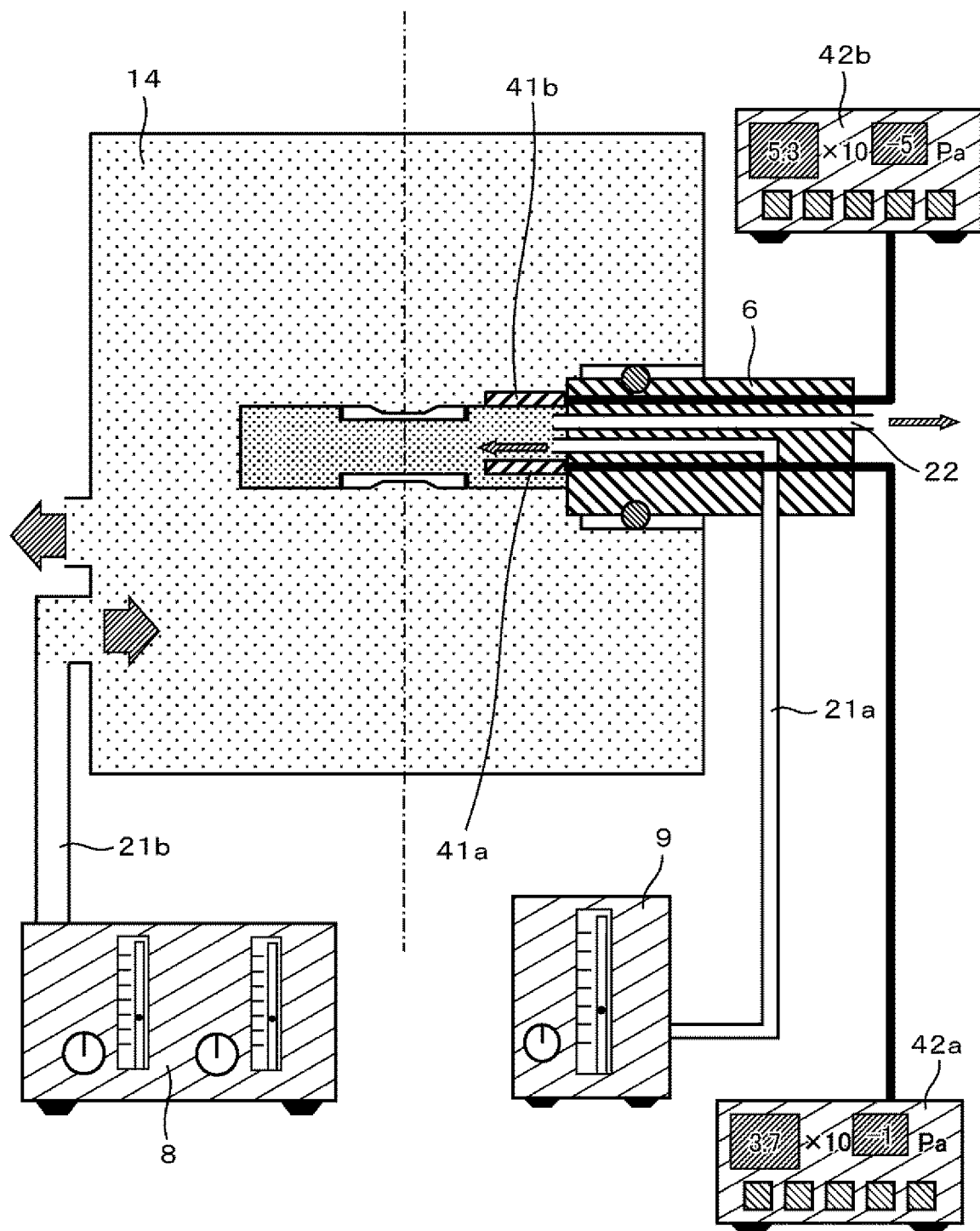
[図13]

図 13



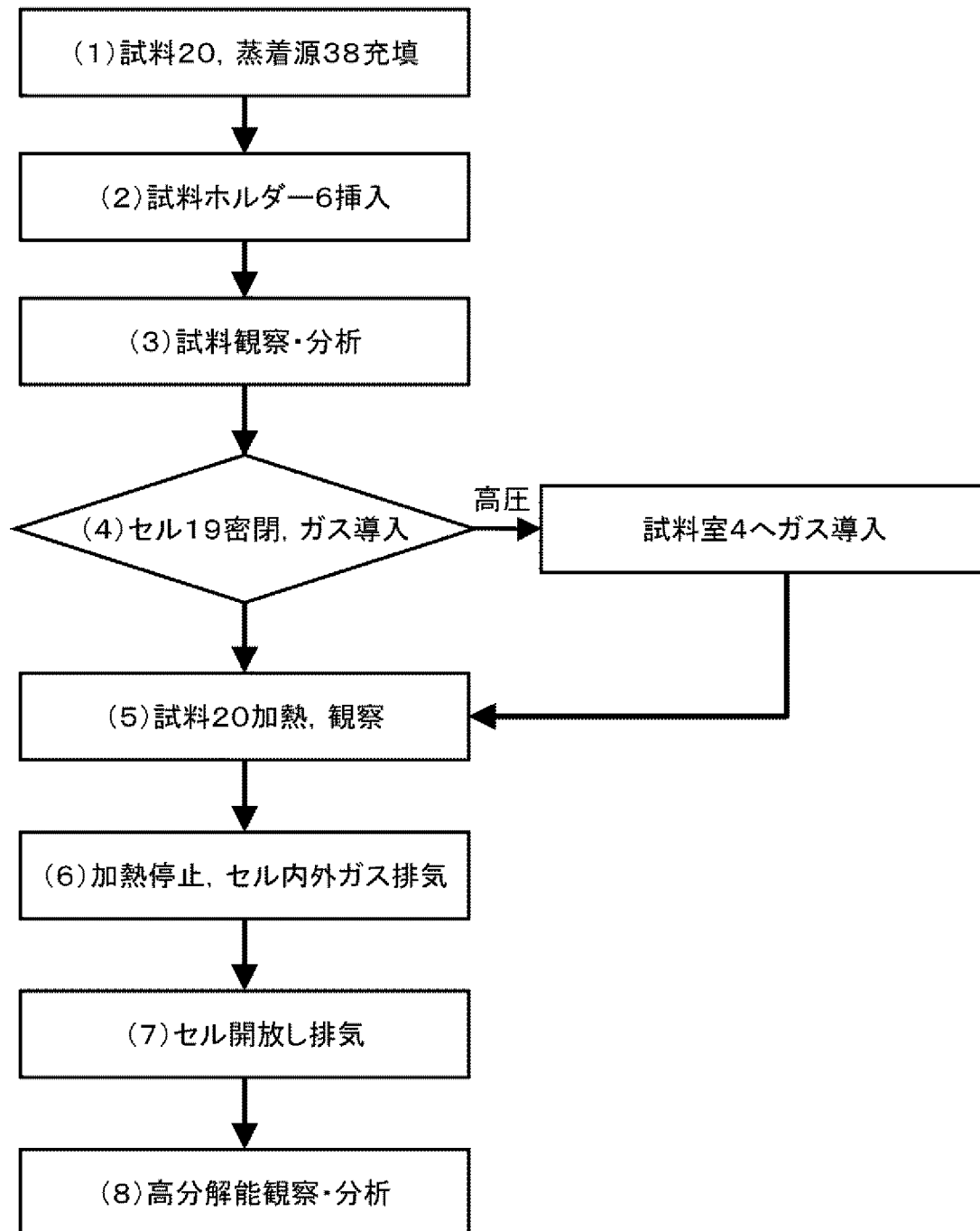
[図14]

図 14



[図15]

図 15



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2010/000282

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	1996-2010
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2010	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2010

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.
E, A	JP 2009-117196 A (JEOL Ltd.), 28 May 2009 (28.05.2009), entire text; fig. 1 to 8 (Family: none)	1-12
A	JP 2003-187735 A (JEOL Ltd.), 04 July 2003 (04.07.2003), entire text; fig. 1 to 10 (Family: none)	1-12
A	JP 2000-133186 A (JEOL Ltd.), 12 May 2000 (12.05.2000), entire text; fig. 1 to 5 (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
02 March, 2010 (02.03.10)Date of mailing of the international search report
16 March, 2010 (16.03.10)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2010/000282

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 9-129168 A (JEOL Ltd.), 16 May 1997 (16.05.1997), entire text; fig. 1 to 6 (Family: none)	1-12
A	Microfilm of the specification and drawings annexed to the request of Japanese Utility Model Application No. 101057/1988 (Laid-open No. 22559/1990) (JEOL Ltd.), 15 February 1990 (15.02.1990), entire text; fig. 1 to 5 (Family: none)	1-12
A	JP 47-24960 A (Hitachi, Ltd.), 18 October 1972 (18.10.1972), entire text; fig. 1 to 3 (Family: none)	1-12

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

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（I P C））

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	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 0 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 0 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 0 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
EA	JP 2009-117196 A（日本電子株式会社）2009.05.28 全文、図1-8（ファミリーなし）	1-12
A	JP 2003-187735 A（日本電子株式会社）2003.07.04 全文、図1-10（ファミリーなし）	1-12
A	JP 2000-133186 A（日本電子株式会社）2000.05.12 全文、図1-5（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

0 2 . 0 3 . 2 0 1 0

国際調査報告の発送日

1 6 . 0 3 . 2 0 1 0

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）

長井 真一

2 G

9 1 1 7

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

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 9-129168 A (日本電子株式会社) 1997. 05. 16 全文、図 1 - 6 (ファミリーなし)	1-12
A	日本国実用新案登録出願 63-101057 号 (日本国実用新案登録出願公開 2-22559 号) の願書に添付した明細書及び図面の内容を撮影したマイ クロフィルム (日本電子株式会社) 1990. 02. 15 全文、図 1 - 5 (ファミリーなし)	1-12
A	JP 47-24960 A (株式会社日立製作所) 1972. 10. 18 全文、図 1 - 3 (ファミリーなし)	1-12