



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104685603 B

(45)授权公告日 2016.11.16

(21)申请号 201380039786.1

(22)申请日 2013.06.19

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104685603 A

(43)申请公布日 2015.06.03

(30)优先权数据

2012-166492 2012.07.27 JP

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2015.01.26

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2013/066776 2013.06.19

(87)PCT国际申请的公布数据

W02014/017225 JA 2014.01.30

(73)专利权人 株式会社日立高新技术

地址 日本东京都

(72)发明人 矢口纪惠 长久保康平

(74)专利代理机构 北京银龙知识产权代理有限公司

公司 11243

代理人 张敬强 严星铁

(51)Int.Cl.

H01J 37/20(2006.01)

H01J 37/26(2006.01)

(56)对比文件

US 2011303845 A1, 2011.12.15,

JP 2009283477 A, 2009.12.03,

US 2011057100 A1, 2011.03.10,

US 2012292507 A, 2012.11.22,

CN 102543639 A, 2012.07.04,

审查员 张念国

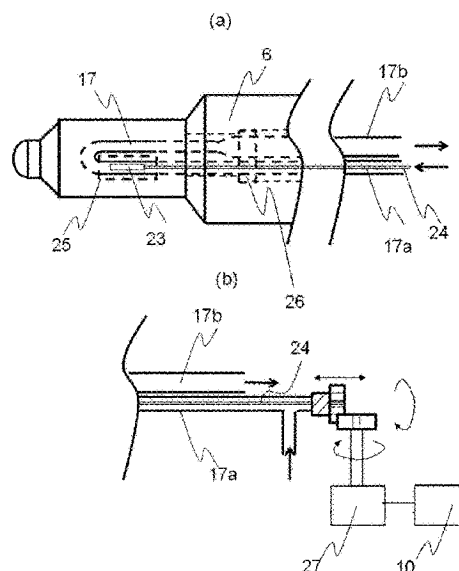
权利要求书2页 说明书4页 附图8页

(54)发明名称

电子显微镜及电子显微镜用试样保持装置

(57)摘要

本发明的目的在于提供一种电子显微镜及电子显微镜用试样保持装置,其能在电子显微镜内容易且安全地营造气体或液体环境,以高分辨率观察其中的试样及其反应。在具备保持试样(23)的试样保持单元(6)的电子显微镜中,上述试样(23)配置于电子束能通过的毛细管(17)内部,在上述毛细管(17)内部具有向上述毛细管(17)内部供给气体或液体的供给装置、以及回收上述气体或液体的回收装置,一边使上述气体或液体流动一边获得上述试样的试样图像。



1. 一种电子显微镜,其具备释放一次电子束的电子源、将从上述电子源释放的电子束聚焦并照射于试样的电子束控制单元、检测从试样产生的电子的检测器、基于来自上述检测器的信号而制成试样图像的运算装置、显示上述试样图像的显示单元、以及存储所显示的上述试样图像的单元,上述电子显微镜的特征在于,

上述试样配置于上述电子束能通过的毛细管内部,

具有向上述毛细管内部供给气体或液体的供给装置、以及回收上述气体或液体的回收装置,

一边使上述气体或液体流动一边获得上述试样的试样图像,

上述毛细管的入口及出口设置在电子显微镜的镜体外,从而利用毛细管自身对毛细管内部的气体或液体环境与试样室的真空进行分隔。

2. 根据权利要求1所述的电子显微镜,其特征在于,

上述毛细管的电子束照射部进行了碳涂层。

3. 根据权利要求1所述的电子显微镜,其特征在于,

上述毛细管的电子束透过部分以外由金属或导电性树脂覆盖。

4. 根据权利要求1所述的电子显微镜,其特征在于,

在电子束能透过的毛细管的内部设有加热器。

5. 根据权利要求1所述的电子显微镜,其特征在于,

在上述毛细管内部配置有能固定上述试样的试样固定部,并具备能使上述试样固定部在毛细管内部移动及/或旋转的驱动机构。

6. 根据权利要求1所述的电子显微镜,其特征在于,

上述毛细管的电子束照射部变细。

7. 根据权利要求1所述的电子显微镜,其特征在于,

在上述毛细管的内部设置电压施加部,该电压施加部与配置于上述毛细管外部的电压施加单元连接。

8. 根据权利要求1所述的电子显微镜,其特征在于,

上述回收装置能进行上述气体或液体的质量分析。

9. 一种试样保持装置,其搭载于电子显微镜并保持观察对象的试样,该试样保持装置的特征在于,

该试样保持装置具备电子束能通过的毛细管,上述试样配置于上述电子束能通过的毛细管内部,向上述毛细管内部供给气体或液体,

上述毛细管的入口及出口设置在电子显微镜的镜体外,从而利用毛细管自身对毛细管内部的气体或液体环境与试样室的真空进行分隔。

10. 根据权利要求9所述的试样保持装置,其特征在于,

上述毛细管的电子束照射部进行了碳涂层。

11. 根据权利要求9所述的试样保持装置,其特征在于,

上述毛细管的电子束透过部分以外由金属或导电性树脂覆盖。

12. 根据权利要求9所述的试样保持装置,其特征在于,

在上述毛细管的内部设有加热器。

13. 根据权利要求9所述的试样保持装置,其特征在于,

在上述毛细管内部配置有能固定上述试样的试样固定部,并具备能使上述试样固定部在毛细管内部移动及/或旋转的驱动机构。

14.根据权利要求9所述的试样保持装置,其特征在于,

在上述毛细管的内部设置电压施加部,该电压施加部与配置于上述毛细管外部的电压施加单元连接。

电子显微镜及电子显微镜用试样保持装置

技术领域

[0001] 本发明涉及电子显微镜及用于电子显微镜的试样保持装置。

背景技术

[0002] 就使试样在高温下与气体反应并利用电子显微镜实时观察其状况的装置而言,在专利文献1中记载了如下例子,在电子显微镜等上装配有用于向对试样进行加热的加热器吹出气体的毛细管的试样支架,并观察在高温下的气体反应。另外,专利文献2记载了气体从横向导入并在试样支架上下具有电子束通过用开口的例子。另外,专利文献3记载了在试样进入内部的毛细管上具有旋转机构,并设于显微镜的工作台上的例子。

[0003] 现有技术文献

[0004] 专利文献

[0005] 专利文献1:日本特开2003-187735号

[0006] 专利文献2:日本特开昭51-267号公报

[0007] 专利文献3:日本特开平10-206748号

发明内容

[0008] 发明所要解决的课题

[0009] 在上述现有技术中,就使隔膜重合,对气体环境与真空进行分隔的盒内导入气体及液体的结构而言,需要以气体及液体不会从盒中泄漏的方式粘接盒部件,或者使用垫圈等进行封闭来防止泄漏,所以存在盒的组装及向试样支撑部的安装复杂之类的问题。另外,存在封闭不充分导致气体及液体泄漏之类的问题。

[0010] 另外,就上述其他现有技术而言,是为了在光学显微镜下进行试样的立体观察而在毛细管内部装填试样并一边旋转一边进行观察的方法,并未考虑用于电子显微镜这一点。另外,也未考虑在毛细管内部填充用于与试样反应的气体或液体的点、或者在该环境中进行试样的加热或施加电压并观察其反应的点。

[0011] 本发明的目的在于提供一种电子显微镜及电子显微镜用试样保持装置,其能在电子显微镜内容易且安全地营造气体或液体环境、或气液混合环境,并以高分辨率观察其中的试样及其反应。

[0012] 用于解决课题的方法

[0013] 鉴于上述课题,本发明具有以下构成。一种电子显微镜,具备释放一次电子束的电子源、将从上述电子源释放的电子束聚焦并照射于试样的电子束控制单元、检测从试样产生的电子的检测器、基于来自上述检测器的信号而制成试样图像的运算装置、显示上述试样图像的显示单元、存储上述所显示的试样图像的单元、以及保持上述试样的试样保持单元,该电子显微镜的特征在于,上述试样配置于上述电子束能通过的毛细管内部,具有向上述毛细管内部供给气体或液体的供给装置、以及回收上述气体或液体的回收装置,一边使上述气体或液体流动一边获得上述试样的试样图像。

[0014] 发明效果

[0015] 根据本发明,能以简单的构成在电子显微镜的试样室内形成含有试样的微小气体空间或微小液体空间或其混合空间,并能在其中对试样加热或施加电压,从而以高分辨率观察试样的变化。

附图说明

[0016] 图1是本发明的一实施例的电子束装置的基本构成图。

[0017] 图2是一实施例的电子显微镜用试样保持装置前端部的基本构成图。

[0018] 图3是一实施例的电子显微镜用试样保持装置前端部。

[0019] 图4是一实施例的电子显微镜1试样预备排气室及电子显微镜用试样保持装置的构成图。

[0020] 图5(a)是一实施例的电子显微镜用试样保持装置前端部的俯视图,图5(b)是其剖视图。

[0021] 图6是一实施例的电子显微镜用试样保持装置前端部的俯视图。

[0022] 图7是一实施例的电子显微镜用试样保持装置前端部的俯视图。

[0023] 图8是实施例的电子显微镜用试样保持装置前端部。

具体实施方式

[0024] 图1表示本发明的一实施例的电子显微镜1的基本构成图。电子显微镜1的镜体包括电子枪2、聚光透镜3、物镜4以及投射透镜5。在物镜4之间插入有电子显微镜用试样保持装置6。在投射透镜5的下方安装荧光板7,在荧光板7下安装TV摄像机8。TV摄像机8通过图像显示部9a连接于图像存储部9b,也能进行动画的拍摄。图像存储部9b连接于试样环境控制部10。

[0025] 在聚光透镜3、物镜4之间配置有用于差动排气的节流件11。在电子枪2及聚光透镜3之间、聚光透镜3及物镜4之间、电子显微镜试样室12、观察室13分别通过阀14连接于不同的真空泵15。在电子显微镜用试样保持装置6上具备圆筒形或方形毛细管17,该毛细管17在前端部具有电子束16能透过的厚度的部分,毛细管的入口17a及出口端面17b与电子显微镜1的镜体外连通。毛细管的入口端面17a通过阀18连接于气体液体供给装置19。气体液体供给装置19由流量控制部19a及贮藏部19b构成,并连接于环境控制部10。

[0026] 毛细管的出口端面17b分岔,一方在导入环境为气体的情况下通过开闭阀18连接于排气泵20,在导入环境为液体的情况下代替排气泵20而连接于捕获容器21。另外,另一方的分岔的端面通过阀14连接于真空泵15。

[0027] 在电子显微镜试样室12上连接有试样预备排气室22,试样预备排气室22通过阀14连接于真空泵15。

[0028] 试样23安装在棒状的试样固定部24的前端,并配置于毛细管17内的电子束能透过的部分。在试样23分散于溶液中的情况下,观察在毛细管17内部漂浮的试样、或附着于壁面及上述试样固定部24的前端的试样。

[0029] 从电子枪2产生的电子束16由聚光透镜3聚焦并照射于试样23。透过了试样23的电子束16利用物镜4成像,利用投射透镜5放大并投影到荧光板7上。另外,移走荧光板7将投影

到TV摄像机8上,从而在图像显示部9a上显示透过图像,并存储在图像存储部9b中。

[0030] 在将电子显微镜用试样保持装置6插入电子显微镜试样室12时,电子显微镜用试样保持装置6的毛细管17内部预先在试样预备排气室22,与试样预备排气室22同时由真空泵15缓慢排气后,插入电子显微镜试样室12。在试样环境控制部10中,输入试样附近环境的期望的气体液体流量、压力,并利用供给装置19设定为期望的条件。从供给装置19供给气体、液体及混合流体,气体、液体及混合流体被导入毛细管17内部。利用TV摄像机8对气体、液体及混合流体环境下的试样23的透过图像进行拍摄。在图像显示部9a上显示透过图像,并连续存储于图像存储部9b。在试样环境控制部10中,与图像存储部9b的计数同步地随时监视试样23附近的环境条件并存储。导入毛细管内部的气体由连接于毛细管的出口端面17b的真空泵20排气,或者回收至捕获容器21。装置工作中的环境的流量、压力、温湿度、录像计数等条件由试样环境控制部10存储。

[0031] 图2表示本发明的一实施例的电子显微镜用试样保持装置6前端部的基本构成图。在电子显微镜用试样保持装置6前端部,以呈U字形的方式固定有圆筒形或方形毛细管17。另外,在电子显微镜用试样保持装置6前端部设有电子束通过孔25,在通过孔25的部分设置有毛细管17的一部分。放置于通过孔25部分的毛细管17的一部分为了防止由照射电子束引起的充电,对毛细管外部实施20nm以下厚度的碳涂层。另外,电子显微镜用试样保持装置6的轴部分为空心,在该部分插入毛细管17。设置在通过孔25部分的毛细管17的壁厚是电子束16能透过的厚度。只要根据电子束16的加速电压的条件而改变毛细管的厚度即可。在轴部分的毛细管17上,以遮断电子显微镜用试样保持装置6的前端部与轴部分的真空的方式安装有衬垫26。为了能够更有效地排气,毛细管17的排气侧具有比导入侧大的内径。毛细管17能够连同衬垫26一起从电子显微镜用试样保持装置6后端部卸下。

[0032] 图3表示本发明的一实施例的电子显微镜用试样保持装置6前端部。试样23安装在棒状的试样固定部24前端。可以将试样23自身直接固定于固定部24,也可以将能插入毛细管17内部的大小的、粘贴有高分子膜等的网眼形状的支撑部安装在固定部24前端,并在此载置试样23。棒状的试样固定部24的终端与毛细管17一起被引出至镜体外,并连接于旋转机构27。试样能利用旋转机构27在毛细管内部360度旋转及沿水平方向移动。另外,安装于试样固定部24的前端的网眼也能用于捕获导入的气体或溶液中的试样23。旋转机构27通过试样旋转控制部28连接于试样环境控制部10。

[0033] 图4表示本发明的一实施例的电子显微镜1试样预备排气室22及电子显微镜用试样保持装置6的构成图。试样保持装置6的终端部分设置在镜体外,组装在保持装置6内的毛细管的入口端面17a及出口端面17b也设置在镜体外。毛细管的入口端面17a通过阀18连接于气体液体供给装置19。气体液体供给装置19由流量控制部19a及贮藏部19b构成,并连接于环境控制部10。设于毛细管的入口端面17a的试样旋转机构27通过试样旋转控制部28连接于环境控制部10,装置工作中的试样角度与图像一起由环境控制部10存储。

[0034] 试样预备排气室22通过慢放阀14连接于真空泵15,试样保持装置6所分岔的毛细管出口端面17b的一侧通过开闭阀18及慢放阀14连接于上述真空泵15。所分岔的毛细管出口端面17b的另一侧通过阀18连接于捕获容器21或质量分析计29。质量分析计29连接于真空泵20及试样环境控制部10,在将气体导入毛细管17后,通过对所排出的气体进行分析,能分析毛细管17内部的反应生成物,能与观察结果相联系。分析结果与试样环境条件一起存

储于试样环境控制部10。

[0035] 图5(a)表示本发明的另一实施例的电子显微镜用试样保持装置6前端部的俯视图,图5(b)表示剖视图。使气体及液体导入侧的毛细管17的一部分的直径变细,并在该部分设置电子束通过孔25。由此,能避免由于气体及液体使电子束较大地散乱而使像模糊,能以高分辨率进行观察。

[0036] 图6表示本发明的其他实施例的电子显微镜用试样保持装置6前端部的俯视图。除电子束16能透过的毛细管17的、电子束16透过部分以外,由金属膜或导电性树脂膜30覆盖。由此,能够耐压、耐热及防止机械强度下降。

[0037] 图7(a)表示本发明的其他实施例的电子显微镜用试样保持装置6前端部的俯视图。在电子束16能透过的毛细管17的、电子束16透过部分内部设置加热器31,试样23直接附着于加热器31部分。加热器31的两端被引出到毛细管17外,并连接于加热电源32。加热电源32连接于试样环境控制部10,加热条件由环境控制部10存储。由此,能观察试样23在气体中的高温变化。或者,如图7(b)那样只在试样保持装置6前端部分配置U字型毛细管17,在配置于遮断真空的衬垫26的外侧部分的电极33上连接放置在毛细管17内部的加热器31的端部。由此,加热器31的位置调整及试样23向加热器31的固定变得容易。

[0038] 图8表示本发明的其他实施例的电子显微镜用试样保持装置6前端部。利用金属盖34盖住电子显微镜用试样保持装置6前端部的毛细管17的一部分,在上述盖34上具备向毛细管17内部延伸的金属板35。试样23安装于试样固定部24前端,并与金属板35接触。设置有电压施加电源36,其向另一侧的试样固定部24的安装于显微镜1镜体外的端部、安装于毛细管17的金属盖34部分的金属板35施加电压。电压施加电源36连接于试样环境控制部10,条件由环境控制部10存储。由此,能对气体中及液体中的试样23施加电压,动态地观察试样23的变化。

[0039] 符号说明

[0040] 1—电子显微镜,2—电子枪,3—聚光透镜,4—物镜,5—投射透镜,6—电子显微镜用试样保持装置,7—荧光板,8—TV摄像机,9a—图像显示部,9b—图像存储部,10—试样环境控制部,11—差动排气节流件,12—电子显微镜试样室,13—观察室,14—阀,15—真空泵,16—电子束,17—毛细管,17a—毛细管入口,17b—毛细管出口,18—开闭阀,19—气体液体供给装置,19a—流量控制部,19b—贮藏部,20—排气泵,21—捕获容器,22—试样预备排气室,23—试样,24—试样固定部,25—电子束通过孔,26—衬垫,27—旋转机构,28—试样旋转控制部,29—质量分析计,30—金属或导电性树脂膜,31—加热器,32—加热电源,33—电极,34—盖,35—金属板,36—电压施加电源。

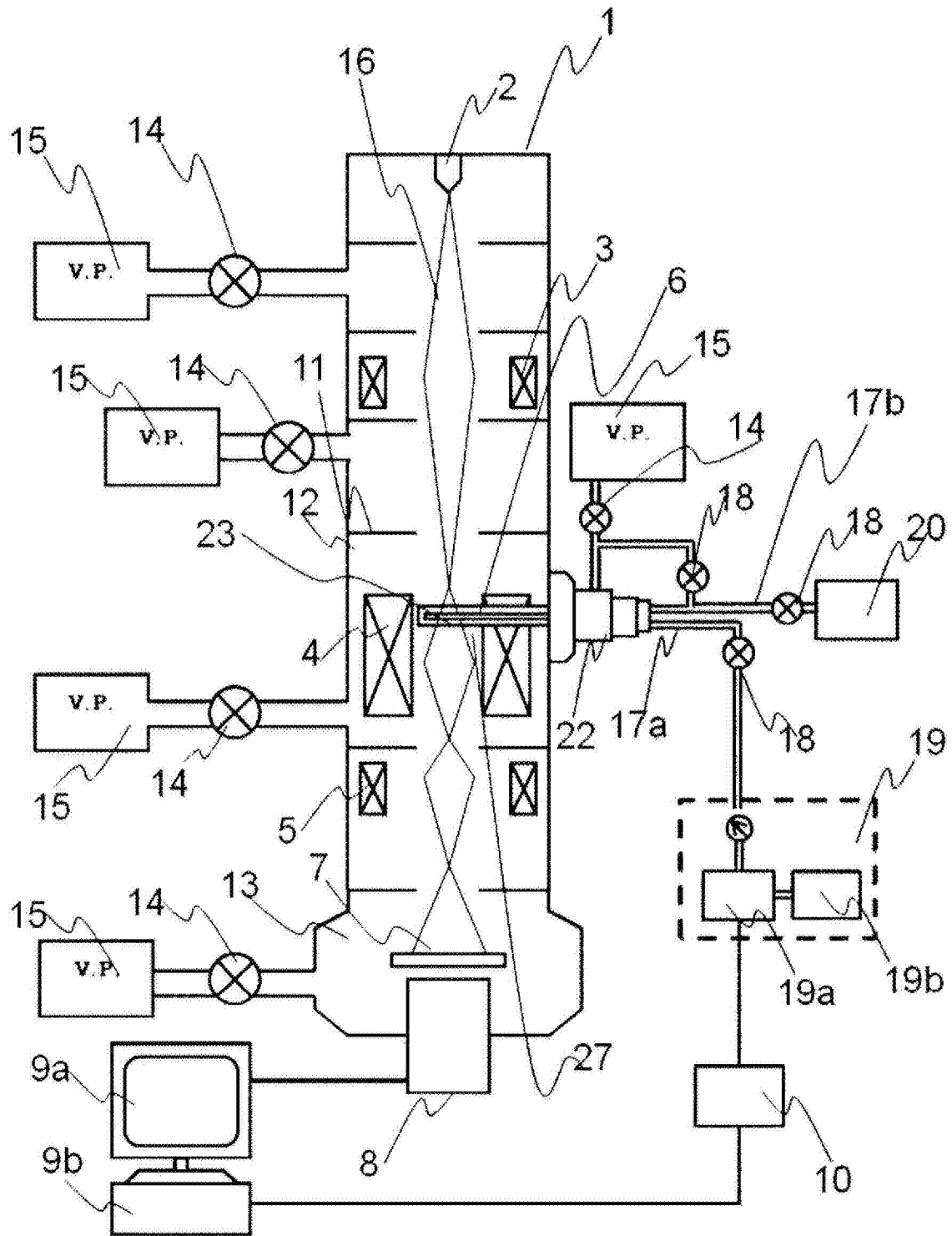


图1

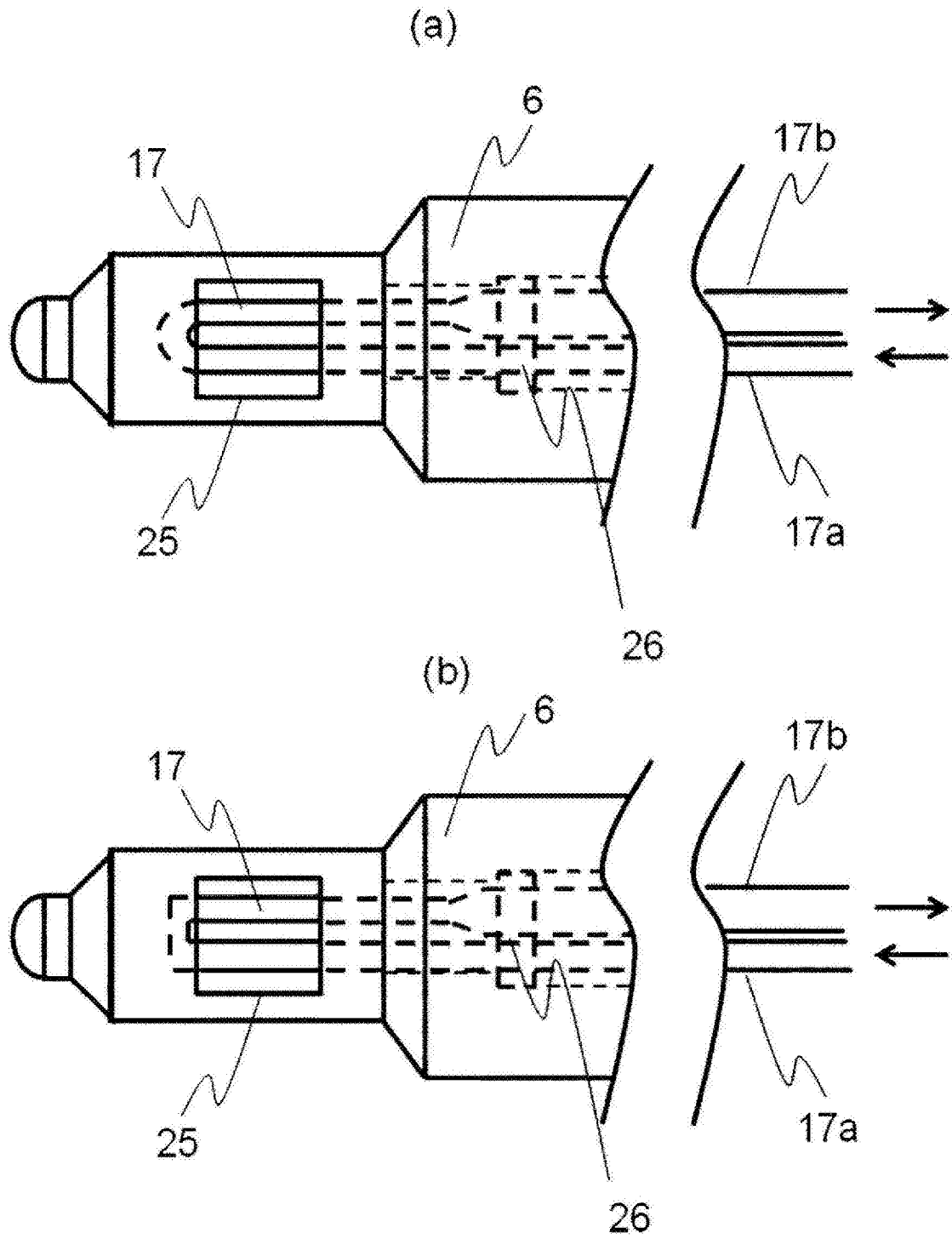


图2

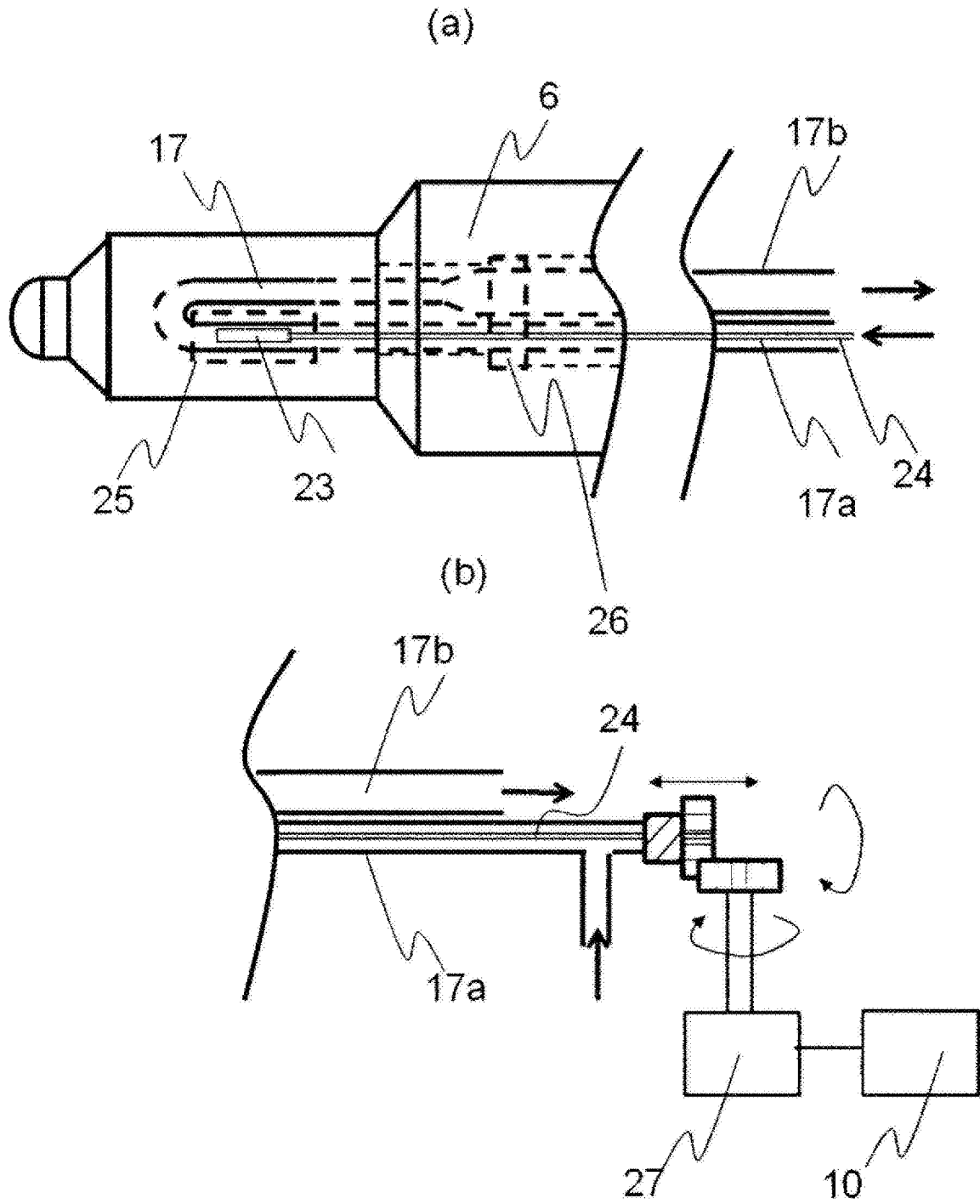


图3

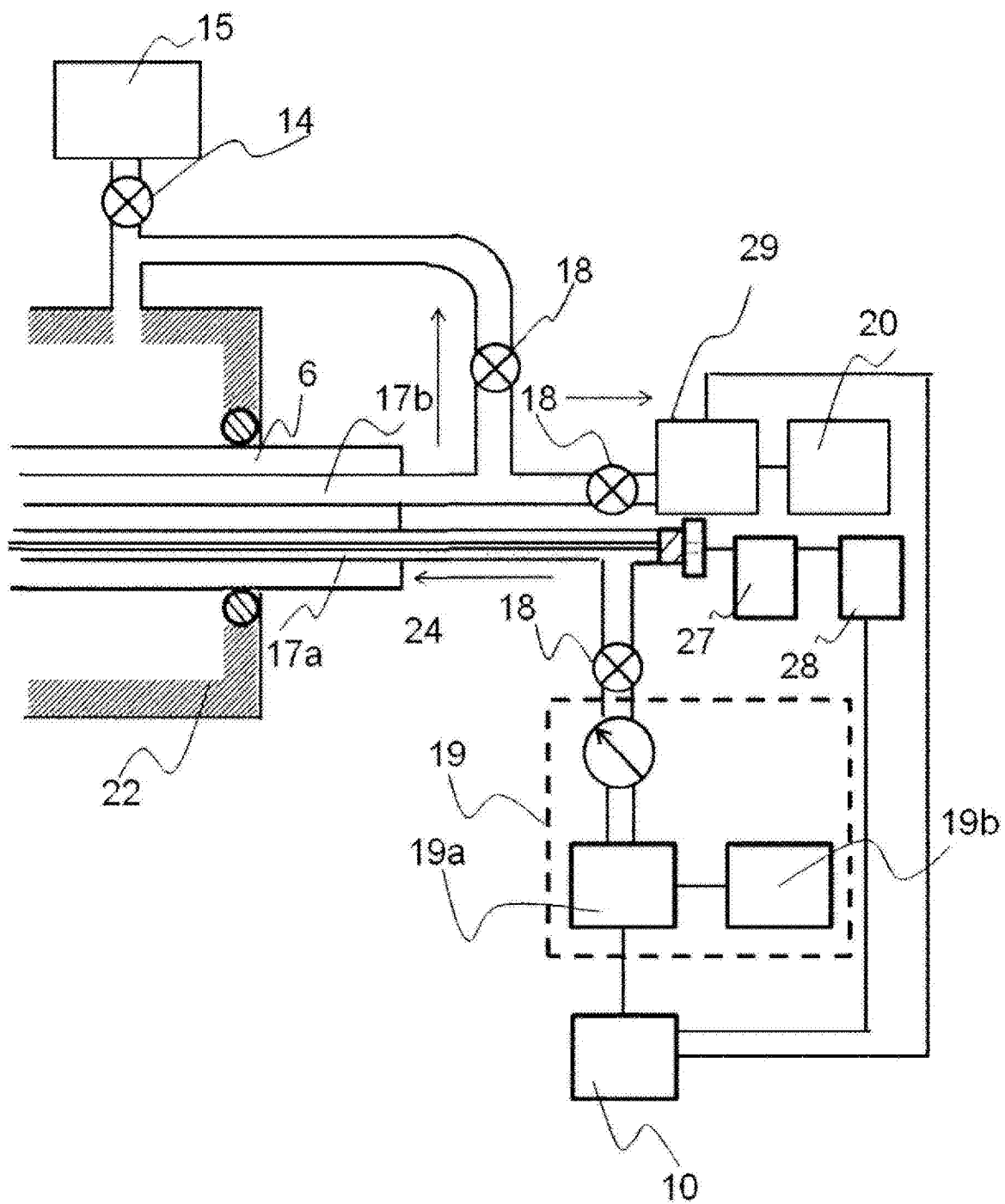


图4

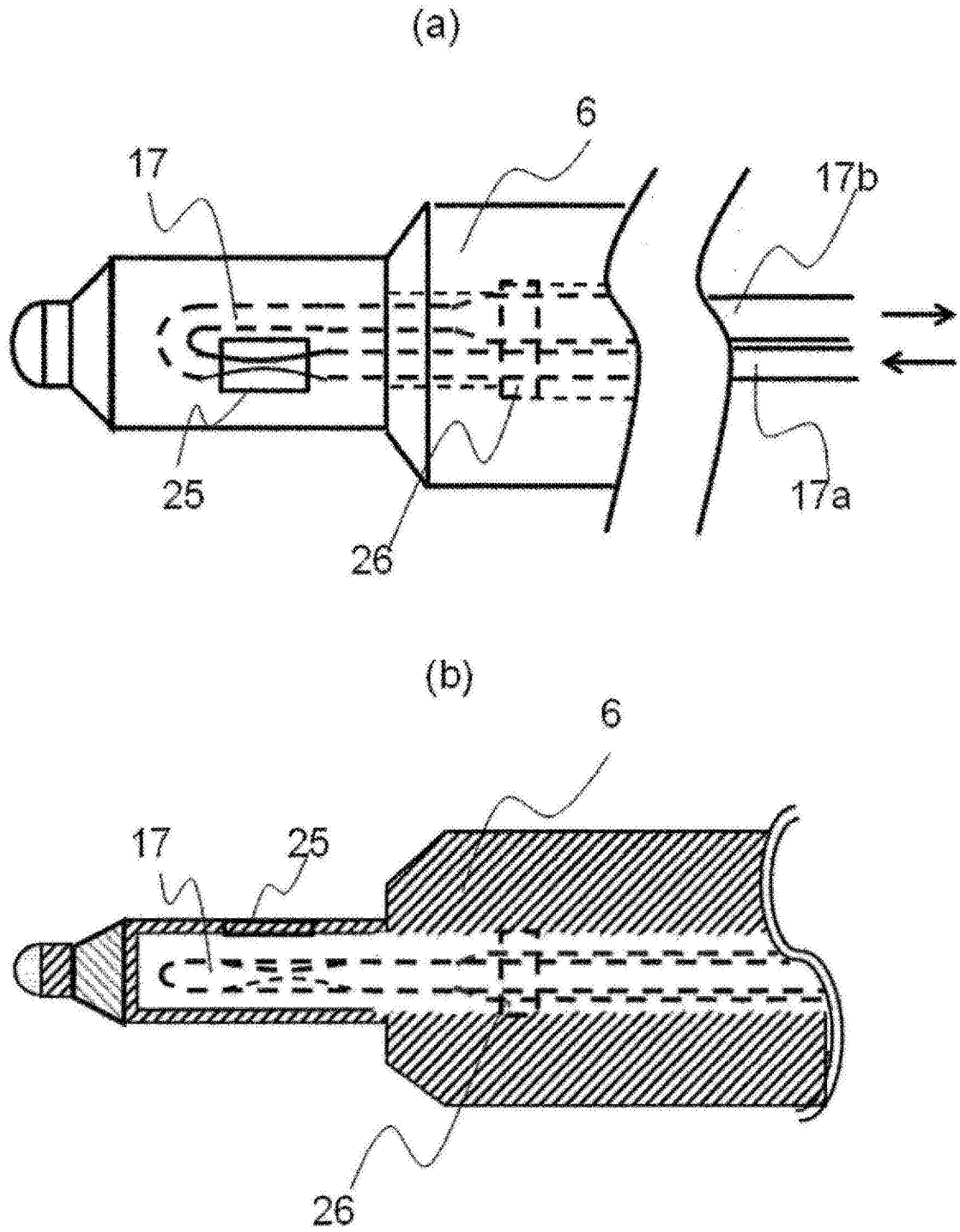


图5

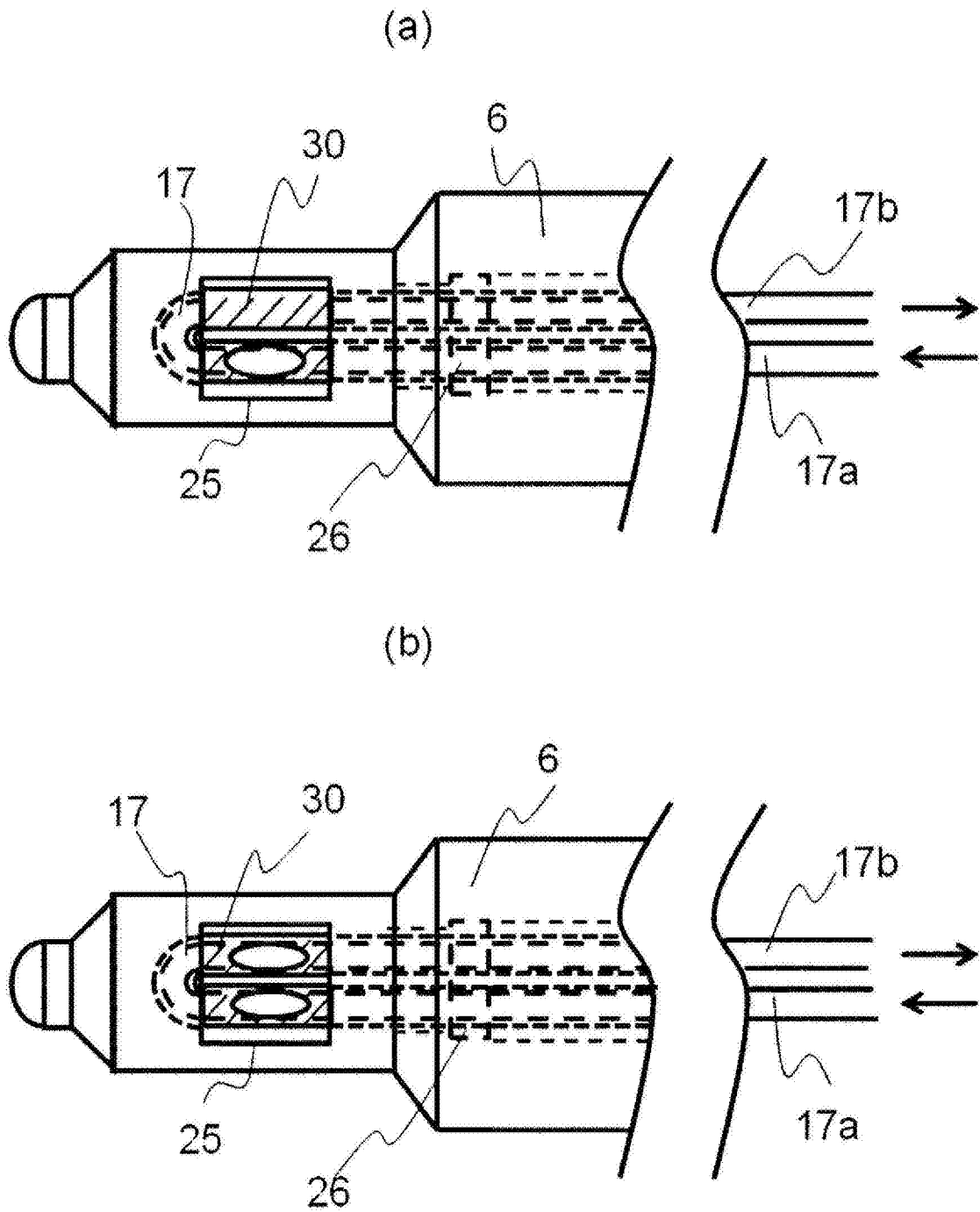


图6

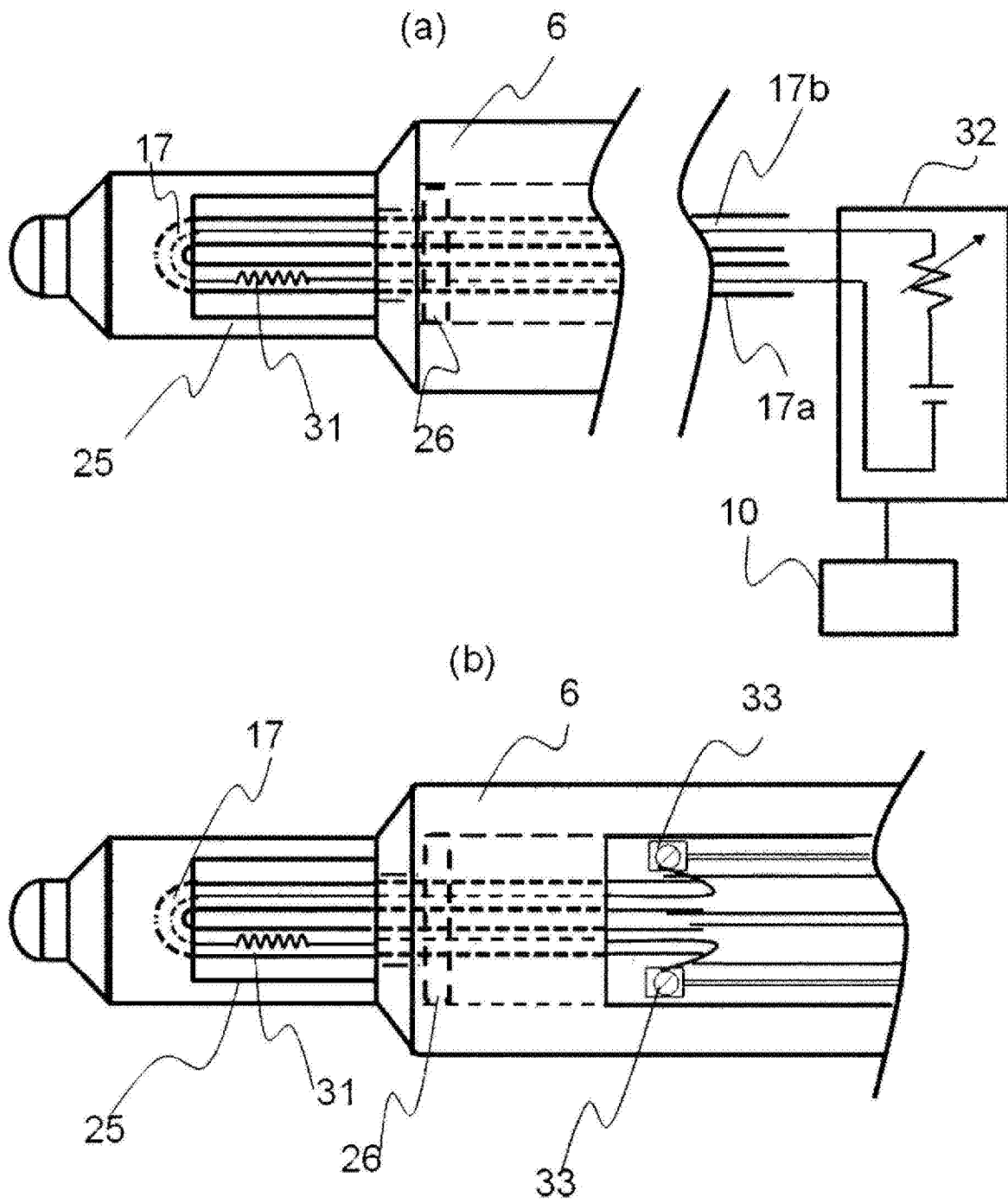


图7

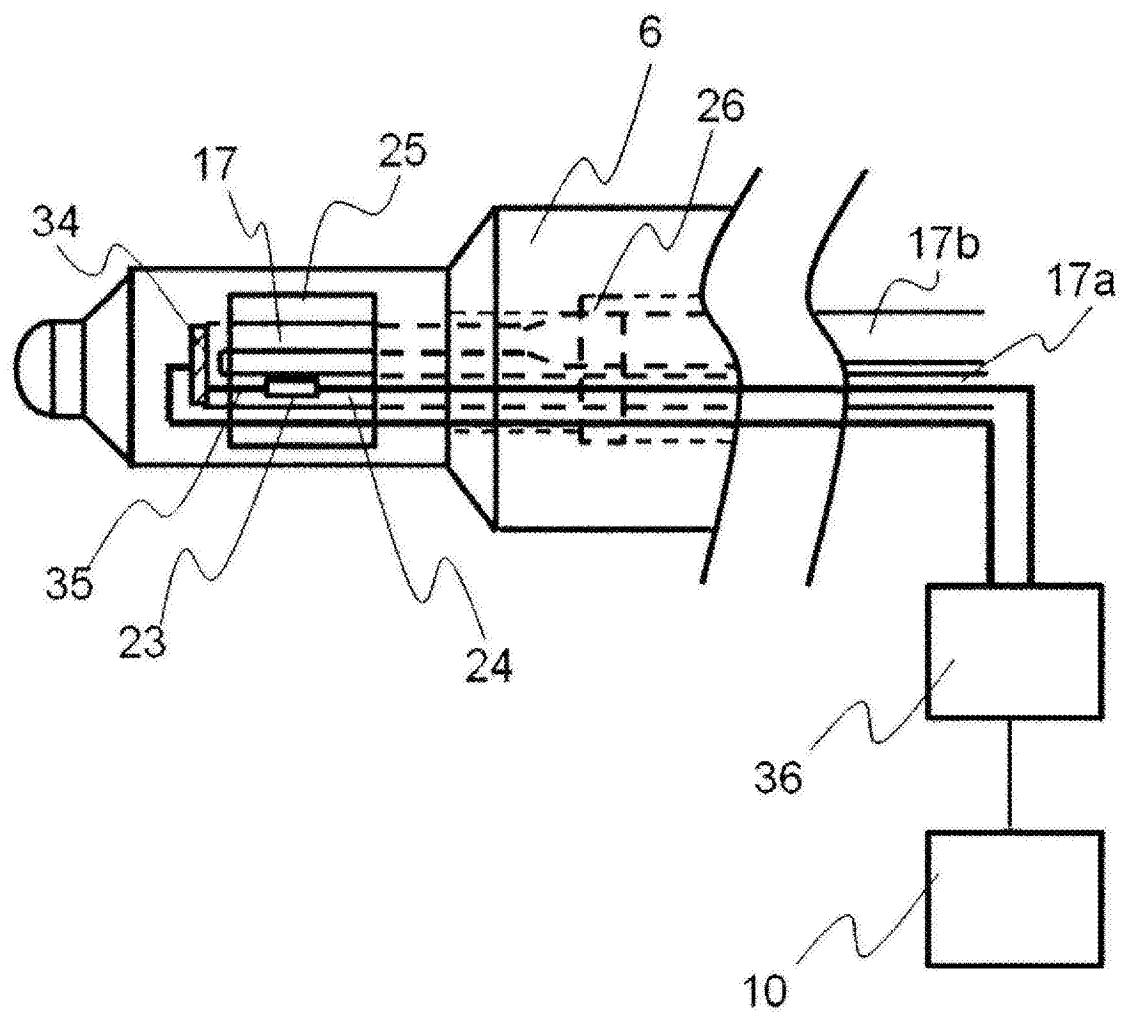


图8