

(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 2015/045443 A1

- (51) 国際特許分類:
H01J 37/28 (2006.01) H01J 37/244 (2006.01)
H01J 37/22 (2006.01) H01J 37/26 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2014/056823
- (22) 国際出願日: 2014 年 3 月 14 日(14.03.2014)
- (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 2013-199129 2013 年 9 月 26 日(26.09.2013) 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: 大八木 敏行(OYAGI Toshiyuki); 〒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). 四辻 貴文(YOTSUJI Takafumi); 〒1058717 東

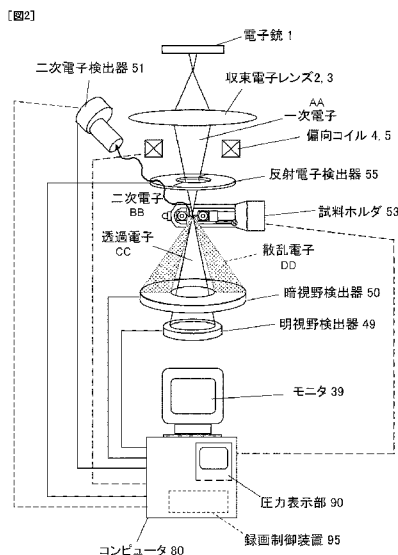
京都港区西新橋一丁目 2 4 番 1 4 号 株式会社
日立ハイテクノロジーズ内 Tokyo (JP).

- (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, 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.
- (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

[続葉有]

(54) Title: ELECTRON MICROSCOPE

(54) 発明の名称: 電子顕微鏡



- 1... ELECTRON GUN
2, 3... CONVERGENT ELECTRON LENS
4, 5... DEFLECTION COIL
39... MONITOR
49... BRIGHT-FIELD DETECTOR
50... DARK-FIELD DETECTOR
51... SECONDARY ELECTRON DETECTOR
53... SAMPLE HOLDER
55... REFLECTED ELECTRON DETECTOR
80... COMPUTER
90... PRESSURE DISPLAY UNIT
95... IMAGE RECORDING CONTROLLER
AA... PRIMARY ELECTRON
BB... SECONDARY ELECTRON
CC... TRANSMITTED ELECTRON
DD... SCATTERED ELECTRON

(57) Abstract: Provided is an electron microscope wherein a detector requiring the application of a voltage is used to obtain a micrograph from a sample placed in a gas atmosphere. The electron microscope is provided with a gas inlet device for emitting gas onto a sample, and a gas control device controlling the amount of gas emitted by the gas inlet device so that, during the gas emission by the gas inlet device, the degree of vacuum within the space where the detector (49-51, 55) is installed is continuously maintained to less than a set value.

(57) 要約: 電圧の印加が必要な検出器を利用してガス雰囲気中に置かれた試料の顕微鏡像が得られる電子顕微鏡を提供する。試料にガスを放出するためのガス導入装置と、当該ガス導入装置によるガス放出中に、検出器(49-51, 55)が設置された空間内の真空度が継続的に設定値未満に保持されるように前記ガス導入装置によるガス放出量を制御するガス制御装置とを備える。



(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))

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に関する。

背景技術

[0002] 電子顕微鏡を利用した試料観察では、ガス雰囲気中の試料と当該ガスの反応過程をその場で動的に観察する、いわゆる「その場観察」が行われることがある。例えば、燃料電池触媒では、触媒がガスに曝されると貴金属粒子が担体上を移動して粒子成長するが、当該粒子成長をその場観察することで触媒の劣化解析が行われている。

[0003] この種の観察を行うためには、高真空状態に保持された鏡筒内の主たる空間と、ガスにより低真空状態に保持された試料近傍の空間を区画する必要があるが、その方式は大別して隔膜型と差動排気型に分類される。前者の方式に係る技術の1つとして、例えば、特開2003-187735号公報には、ガス雰囲気中に試料を密閉する試料ホルダが記載されている。この試料ホルダは、電子ビームを通過させるための開口が形成された試料載置部と、その開口を横切るように張られたヒータ用ワイヤ（試料加熱装置）と、試料載置部を試料室内（真空）から隔離するための隔膜と、当該隔膜によって形成される試料載置空間に対してガスを導入するためのガス導入管（ガス導入装置）を備えている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開2003-187735号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] ところで、上記のようなガス雰囲気かつ低真空状態におかれる試料のその場観察に際して、動画で撮影するため、反応による試料ドリフトや形状変化

が発生した場合に、オペレータが手動で補正して記録する必要があった。

[0006] なお、電圧の制御や導入ガスの制御もマニュアルで行うため。データを収集する場合に複数のオペレータにより操作する必要があり、オペレータによる操作ミスが過剰に反応を起こすことがあった。

[0007] 本発明の目的は、反応による試料ドリフトを補正する制御によりガス雰囲気におかれた試料の顕微鏡像が得られる電子顕微鏡を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0008] 本発明は、上記目的を達成するために、電子銃からの電子線が試料に照射されることで発生する電子を検出する検出器と、当該検出器の出力に基づいて前記試料の顕微鏡像を表示する表示装置と、画像より試料移動を計測する装置と、ガス導入を制御する装置と、前記試料にガスを放出するためのガス導入装置と、当該ガス導入装置によるガス放出中に、前記検出器が設置された空間内の真空度が継続的に設定値未満に保持されるように前記ガス導入装置によるガス放出量を制御するガス制御装置を備えるものとする。

発明の効果

[0009] 本発明によれば、ガス雰囲気中の試料のその場観察で試料ドリフトを低減して動画像観察が行える。

図面の簡単な説明

[0010] [図1]本発明の実施の形態に係る走査型透視電子顕微鏡の概略構成図。

[図2]本発明の実施の形態に係る電子顕微鏡装置のうち透過走査像を得るために使用する透過走査型電子顕微鏡部を示した図。

[図3]本発明の実施の形態に係る試料ホルダ53の概略構成図。

[図4]本発明の実施の形態に係る電子顕微鏡の鏡体内に設けられる各部屋の区画の概略図。

[図5]本発明の実施の形態に係る圧力表示部90の概略構成図。

[図6]本発明の実施の形態に係るモニタ39の表示画面の一例。

[図7]本発明の実施の形態に係る動画記録画面の一例。

[図8]本発明の実施の形態に係るモニタ39の表示画面の一例。

[図9]ウィンドウ 1 1 1 に 2 次電子像を表示し、ウィンドウ 1 1 2 に明視野像を表示した場合の画像表示部 1 0 1 の一例を示す図。本発明の実施の形態に係るモニタ 3 9 の表示画面の一例。

[図10]本発明のトレース機能追跡の一例。

[図11]本発明のトレース機能を実行した一例。

[図12]本発明の面積、周長機能を実行した一例。

[図13]本発明の視野位置合わせを実行した一例。

[図14]本発明のガスコントロール制御ブロック一例。

[図15]本発明のガス導入制御例。

[図16]ガス導入のフローチャート。

発明を実施するための形態

[0011] 以下、本発明の実施の形態について図面を用いて説明する。なお、以下では、走査型透過電子顕微鏡（S T E M）を例に挙げて説明するが、本発明は、走査型電子顕微鏡（S E M）、透過型電子顕微鏡（T E M）および走査型透過電子顕微鏡を含む電子顕微鏡ばかりでなく、荷電粒子線装置にも適用可能である。

[0012] 図 1 は本発明の実施の形態に係る走査型透視電子顕微鏡の概略構成図である。この図に示す電子顕微鏡装置は、電子銃 1 と、第 1 及び第 2 の照射レンズコイル 2, 3 と、第 1 及び第 2 の偏向コイル（走査コイル）4, 5 と、対物レンズコイル 6 と、第 1 及び第 2 の電磁式試料イメージ移動用コイル 7, 8 と、第 1 及び第 2 の中間レンズコイル 9, 1 0 と、第 1 及び第 2 の投射レンズコイル 1 1, 1 2 と、励磁電源 1 3 ~ 2 3 と、デジタルアナログ変換器（D A C）2 4 ~ 3 4 と、マイクロプロセッサ（M P U）3 5 と、ハードディスクドライブ（H D D）3 6 と、演算装置（A L U）3 7 と、モニタコントローラ（C R T コントローラ）3 8 と、モニタ（C R T）3 9 と、インターフェース（I / F）4 0, 4 1 と、倍率切替用ロータリーエンコーダ（R E）4 2 と、入力用ロータリーエンコーダ（R E）4 3 と、キーボード 4 4 と、マウス 5 7 と、R A M 4 5 と、R O M 4 6 と、画像取込みインターフェ

ース４８を備えている。光軸上には、試料７０（図３参照）を保持する試料ホルダ５３が配置されている。図に示した対物レンズコイル６は強励磁レンズであり（図４参照）、試料の上側と下側にレンズが形成されている。

[0013] 図２は、本発明の実施の形態に係る電子顕微鏡装置のうち本発明に関する主たる部分を抽出して示した図である。この図において、本実施の形態に係る電子顕微鏡部は、電子銃１と、照射レンズコイル２，３によって形成された収束電子レンズと、電子銃１で発生された電子線を試料７０（図３参照）上で走査させる走査装置としての偏向コイル（走査コイル）４，５と、試料７０が保持された試料ホルダ５３と、電子銃１からの電子線が試料７０に照射されることで発生する電子を検出する検出器（２次電子検出器５１、反射電子検出器５５、暗視野像検出器５０および明視野像検出器４９）と、コンピュータ８０と、検出器５１，５５，５０，４９の出力に基づいて試料７０の顕微鏡像を表示するモニタ３９と、鏡体内の各部の真空度が表示される圧力表示部９０を備えている。コンピュータ８０には、マイクロプロセッサ３５、ＨＤＤ３６、モニタコントローラ３８、ＲＡＭ４５、ＲＯＭ４６、および画像取込みインターフェース４８等の図１に示したハードウェアの一部と、モニタ３９に表示される顕微鏡像を録画するための録画制御装置９５などが搭載されている。

[0014] 図３は本発明の実施の形態に係る試料ホルダ５３の概略構成図である。この図に示すように、試料ホルダ５３は、加熱ヒータ（加熱装置）６４と、真空計６５と、ガス導入装置６０を備えている。

[0015] 加熱ヒータ６４は、電源（図示せず）に接続された１対のリード線に架け渡されたワイヤで構成されており、当該ワイヤには試料７０が付着して保持されている。すなわち、加熱ヒータ６４は、試料保持部としても機能している。加熱ヒータ６４には温度センサが取り付けられており、試料７０の温度が検出可能になっている。温度センサの出力（すなわち、試料温度）は、コンピュータ８０に出力されており、必要に応じてモニタ３９上に表示される。加熱ヒータ６４の出力は、コンピュータ８０内に搭載されたヒータ制御装

置 8 3 から加熱ヒータ 6 4 に対して出力される制御信号に基づいて制御される。

[0016] 真空計 6 5 は、試料 7 0 の近傍の真空度（圧力）を検出するためのもので、試料ホルダ 5 3 内に設置されている。真空計 6 5 は、図に示した例では試料 7 0 から 1 mm 以内に位置するように試料ホルダ 5 3 に取り付けたが、試料ホルダ 5 3 から独立して設置しても良い。真空計 6 5 の出力（試料 7 0 の近傍の圧力）は、コンピュータ 8 0 に出力されており、圧力表示部 9 0（図 2 参照）に表示されたり、ガス導入装置 6 0 によるガス放出量の制御（後述）に利用されたりする。

[0017] 図 4 は本発明の実施の形態に係る電子顕微鏡の鏡体内に設けられる各部屋の区画の概略図である。本実施の形態に係る電子顕微鏡の鏡体内は、電子銃室 7 1 と、第 1 中間室 7 2 と、第 2 中間室 7 3 と、第 3 中間室 7 4 と、試料室 7 5 に分類できる。電子銃室 7 1 と第 1 中間室 7 2 を区画する隔壁には第 1 オリフィス 7 6 が設置されている。第 1 中間室 7 2 と第 2 中間室 7 3 を区画する隔壁には、ガンバルブ 7 8 が設置されている。第 2 中間室内に設けられた隔壁には第 2 オリフィス 7 9 が設置されており、第 2 中間室 7 4 と第 3 中間室 7 5 を区画する隔壁には第 3 オリフィス 8 4 が設置されている。第 3 中間室 7 5 と試料室 7 6 は、対物レンズの上磁極 8 5 によって区画されており、試料室 7 6 内における対物レンズの上磁極 8 5 と下磁極 8 6 の間には試料ホルダ 5 3 が配置されている。

[0018] 電子銃室 7 1 には真空ポンプ（イオンポンプ）8 7 a が接続されており、第 1 中間室 7 2 には真空ポンプ（イオンポンプ）8 7 b が接続されており、第 2 中間室 7 3 には真空ポンプ（イオンポンプ）8 7 c が接続されている。第 3 中間室 7 4 と、上磁極 8 5 と下磁極 8 6 の間に形成される空間と、下磁極 8 7 より下方の空間には、同一の真空ポンプ（ターボ分子ポンプ 8 8 およびドライポンプ 8 9）が独立した経路を介して接続されている。

[0019] 第 3 中間室 7 4 内には、電子銃 1 からの電子線により発生する 2 次電子を検出する際に所定の電圧（引き出し電圧）が印加される 2 次電子検出器 5 1

が設置されている。２次電子検出器５１の電圧の印加は、コンピュータ８０内に搭載された検出器制御装置８２から２次電子検出器５１に対して出力される制御信号に基づいて制御されている。ターボ分子ポンプ８８の吸い込み口には真空計７７が設置されており、真空計７７の検出値はコンピュータ８０に出力されている。

[0020] 図５は本発明の実施の形態に係る圧力表示部９０の概略構成図である。この図に示す圧力表示部９０は、ターボ分子ポンプ８８の吸い込み口の近傍に設置された真空計７７の検出値が表示される第１表示部９１と、試料ホルダ５３内に設置された真空計６５の検出値が表示される第２表示部９２を有している。この図の例では、ターボ分子ポンプ８８の吸い込み口での圧力は、 0.034 [Pa] であるのに対して、試料７０の近傍での圧力は 1.0 [Pa] に保持されている。

[0021] 図３に戻り、ガス導入装置６０は、電子銃１で発生された電子線が照射される試料７０にガスを放出するためのものである。ガス導入装置６０は、ガスボンベ（図示せず）に接続され、試料ホルダ５３内に開口した噴射口６３を先端を有するガスノズル６１と、噴射口６３から放出されるガス放出量を調整するための調整バルブ６２を備えている。噴射口６３は加熱ヒータ６４に向けられており、噴射口６３からのガスは、加熱ヒータ６４におけるワイヤ上の試料７０に対して放出される。調整バルブ６２は電磁弁であり、調整バルブ６２の開度はガス制御装置８１から出力される制御信号に基づいて制御される。

[0022] ガス制御装置８１は、ガス導入装置６０によるガス導入中に、２次電子検出器５１が設置された第３中間室７４内の真空度が継続的に設定値 $P1$ 未満に保持されるようにガス導入装置６０によるガス導入量（放出量）を制御するためのものである。ガス制御装置８１は、コンピュータ８０内に搭載されている。ガス制御装置８１には真空計６５の出力が入力されており、ガス制御装置８１は、真空計６５から入力される当該真空度に基づいて、試料ホルダ５３内へのガス導入量（放出量）を調整している。具体的には、ガス制御

装置 8 1 は、真空計 6 5 から入力される圧力値が設定値 P 1 未満の場合には、調整バルブ 6 2 を所定の開度に保持し、真空計 6 5 からの入力される圧力値が設定値 P 1 以上の場合には、調整バルブ 6 2 を閉じてガス導入装置 6 0 による試料 7 0 へのガスの放出を停止する処理を実行する。

[0023] ガス導入量の制御に係る設定値 P 1 は、2 次電子検出器 5 1 に印加する電圧（引き出し電圧）の値と、ガス導入装置 6 0 により導入されるガスの種類に基づいて決定されており、2 次電子検出器 5 1 に引き出し電圧を印加した際に放電が発生しない値に設定されている。

[0024] 図 6 は本発明の実施の形態に係るモニタ 3 9 の表示画面の一例である。この図に示す画面は、電子顕微鏡画像 1 1 1, 1 1 2 が表示される画像表示部 1 0 1 と、画像表示部 1 0 1 に表示される画像 1 1 1, 1 1 2 を制御するための画像コントロール部 1 0 2 と、主に電子顕微鏡の操作を行うための主コントロール部 1 0 3 を備えている。

[0025] 画像表示部 1 0 1 には、1 以上の電子顕微鏡画像がウィンドウごとに表示される。画像表示部 1 0 1 に表示するウィンドウの数は、主コントロール部 1 0 3 を介して自由に増減できる。図 9 に示した例では 2 つのウィンドウ（画像）1 1 1, 1 1 2 が表示されている。

[0026] 画像コントロール部 1 0 2 では、画像表示部 1 0 1 に表示されるウィンドウ 1 1 1, 1 1 2 のうちマウス 5 7 等で選択されたもの（以下では、「選択ウィンドウ」と称することがある）に係る画像を制御することができる。図 1 0 は画像コントロール部 1 0 2 の拡大図である。この図に示すように画像コントロール部 1 0 2 は、単独ボタン 1 2 1 と、2 次電子像ボタン 1 2 2 と、明視野像ボタン 1 2 3 と、暗視野像ボタン 1 2 4 と、反射電子像ボタン 1 2 5 と、カラーボタン 1 2 6 と、重ね合わせボタン 1 3 1 と、上画像プルダウンメニュー 1 3 2 と、下画像プルダウンメニュー 1 3 3 と、カラーボタン 1 3 4 と、カラーボタン 1 3 5 と、透過率入力部 1 3 6 と、時刻ボタン 1 4 1 と、真空度ボタン 1 4 2 と、試料温度ボタン 1 4 3 と、時間ボタン 1 4 4 と、録画ボタン 1 5 1 を備えている。図 1 0 の例では、選択されているボタ

ンは「黒塗り」で表示しており、選択されていないボタンは「白塗り」で表示している。

[0027] 画像表示部101内のウィンドウ111, 112のいずれかを選択して2次電子像ボタン122を押すと、その時刻に2次電子検出器51によって検出された2次電子像がリアルタイムの動画で選択ウィンドウに表示される。同様に、明視野像ボタン123を押すと選択ウィンドウに明視野像が表示され、暗視野像ボタン124を押すと選択ウィンドウに暗視野像が表示され、反射電子像ボタン125を押すと選択ウィンドウに反射電子像が表示される。これらのボタン122, 123, 124, 125は、いずれか1つのみを押すことが可能であり、選択されているボタン以外のボタンを押すと、それまで選択されていたボタンの選択が解除される。これにより選択ウィンドウ内の画像を切り替えることができる。操作者の希望に応じて2次電子像、明視野像、暗視野像および反射電子像を交互にリアルタイム表示できるので、例えば、試料70に係る粒子の移動を容易に把握できる。

[0028] カラーボタン126を押すと、選択ウィンドウに表示された画像がグレースケール表示から擬似的なカラー表示に変化する。ここでいう擬似的なカラー表示とは、白黒の濃淡に代えて、例えば、単一の有彩色である緑色の濃淡で画像を表示したものがこれに当たる。カラーボタン126は、他のボタン122, 123, 124, 125とともに選択可能である。カラーボタン126を再度押すと選択が解除され、表示画像がグレースケール表示に戻る。

[0029] 画像表示部101内のウィンドウ111, 112のいずれかを選択して時刻ボタン144を押すと、当該選択ウィンドウ内の画像上に当該画像の撮影時刻が表示される。真空度ボタン142を押すと、当該選択ウィンドウ内の画像上に当該画像の撮影時刻に係る真空計65の真空度（圧力）が表示される。試料温度ボタン143を押すと、当該選択ウィンドウ内の画像上に当該画像の撮影時刻に係る試料温度が表示される。時間ボタン144を押すと、当該選択ウィンドウ内の画像上に、試料70の観察を開始した時刻から、当該画像の撮影時刻までの経過時間が表示される。試料70の観察開始時刻は

、主コントロール部１０３を介して操作者によって指定される。

[0030] なお、図に示した例では、時刻、真空度、試料温度および時間をウィンドウ内の画像上に表示したが、これらは画面上の他の場所に表示しても良い。さらに、画像に係る情報であれば、時刻、真空度、試料温度および時間以外の情報（例えば、観察中に加熱ヒータ６４によって試料７０に加えたトータルのエネルギー量や、電子顕微鏡の観察条件である電子の加速電圧、倍率およびスケールバー等）を表示しても良いことは言うまでも無い。

[0031] 録画ボタン１５１は、選択ウィンドウ内に表示される画像（動画）をコンピュータ８０内の記憶装置（例えば、ＨＤＤやＲＯＭ）に記憶（録画）するためのボタンである。録画ボタン１５１を押すと、録画制御装置９５に録画開始信号が出力され、選択ウィンドウ内の動画の録画が開始される。一方、録画ボタン１５１を再度押すと、録画制御装置９５に録画停止信号が出力され、録画が停止される。なお、本実施の形態では録画ボタン１５１を押すことで録画を開始するように構成したが、電子顕微鏡の稼働中に各検出器５１，５５，４９，５０を介して撮影された全ての動画を自動的に録画するように録画制御装置９５を設定しても良い。また、その録画した動画を、観察終了後に画像表示部１０１に表示可能に構成しても良い。そして、この場合の録画動画の表示も、画像表示部１０１および画像コントロール部１０２を介して操作すれば良い。

[0032] 図１１はウィンドウ１１１に２次電子像を表示し、ウィンドウ１１２に明視野像を表示した場合の画像表示部１０１の一例を示す図である。各ウィンドウ１１１，１１２に表示される画像は、同期されており、各検出器５１，５５，４９，５０で同時刻に検出された出力に基づいて作成されている。この図に示した例では、各ウィンドウ１１，１１２について真空度ボタン１４２、試料温度ボタン１４３および時間ボタン１４４が押されており、各ウィンドウ１１，１１２内の画像上に真空度、試料温度および時間が表示されている。２次電子像を利用して試料７０のその場観察を行うと、３次元的な試料の変化を観察できるので、例えば、試料７０に係る粒子のうち試料７０の

表面に存在するものが移動して、試料表面から試料内部に沈み込む様子などを観察できる。

[0033] また、図6のように2次電子像と明視野像を並列配置して同時に表示すると、試料70の表面と内部を同時に観察できる。これにより、例えば、ある時刻では2次電子像上で試料70の表面に存在していた粒子が、その後、2次電子像からは消えたが明視野像に依然として存在すること確認できれば、試料70の表面に存在していた粒子が、試料表面から試料内部に移動したことを容易に確認できる。

[0034] 図12は6つのウィンドウ111, 112, 113を画像表示部101に同時に表示した場合の一例を示す図である。この図に示した例では、追加したウィンドウ113に暗視野像を表示している。このように同時刻に検出された2次電子像、明視野像および暗視野像を同時に表示すると、試料70の表面、内部および背面を同時に観察することができ、例えば、試料70に係る粒子が表面、内部、背面のいずれに位置しているかを容易に把握することができる。なお、ウィンドウを追加して又は他の像に代えて、画面表示部101に反射電子像を表示しても良い。反射電子像は、試料の表面と内部があるため、2次電子像と暗視野像が合わさったような画像が取得できる。

[0035] 図9は1つのウィンドウ上で、複数種類の画像を適宜切り替えて表示した場合の一例を示す図である。選択ウィンドウ上に表示する画像の選択（画像の切り替え）は、2次電子像ボタン122と、明視野像ボタン123と、暗視野像ボタン124と、反射電子像ボタン125を押すことで行うことができる。これにより、同時刻に係る2次電子像、明視野像、暗視野像および反射電子像のうちいずれか1つを選択ウィンドウに表示することができる。図に示した例では、ガス導入前に2次電子像から暗視野像に切り替えて、ガス導入後に2次電子像から暗視野像に切り替えた場合を示している。このように観察中にリアルタイムで画像の種類を切り替えれば、例えば、試料70に係る粒子移動を視覚的に容易に把握できる。

[0036] 図9の説明に戻る。画像表示部101内のウィンドウ111, 112のい

いずれかを選択して重ね合わせボタン 131 を押すと、2 次電子像、明視野像、暗視野像および反射電子像のうちいずれか 2 つを選択ウィンドウ内で重ね合わせて表示できる。

[0037] 上画像プルダウンメニュー 132 は、重ね合わせボタン 131 が押されたウィンドウにおいて、上に表示する画像を 2 次電子像、明視野像、暗視野像および反射電子像の中から選択するためのものであり、図 8 の例では 2 次電子像が選択されている。下画像プルダウンメニュー 133 は、重ね合わせボタン 131 が押されたウィンドウにおいて、下に表示する画像を 2 次電子像、明視野像、暗視野像および反射電子像の中から選択するためのものであり、図 10 の例では暗視野像が選択されている。単独ボタン 121 は、重ね合わせボタン 131 によって選択ウィンドウが重ね合わせ表示がされているときに、重ね合わせ表示から単独表示に復帰する際に使用される。なお、単独表示に復帰した際に選択ウィンドウに表示される画像は、復帰時に押されているボタン（2 次電子像ボタン 122、明視野像ボタン 123、暗視野像ボタン 124、反射電子像ボタン 125 およびカラーボタン 126）に基づいて決定されるものとする。

[0038] 図 10 は、反応による粒子のトレース機能に関するもので、粒子の移動を軌跡表示する機能である。図 11 にトレース実行例を示す。トレースは、正規化相関を用いて粒子を同定して、画像のテンプレートマッチングによるテンプレート画像サーチについて以下に一例を示す。式（1）で示される相関演算をソース画像の指定領域内の全画素に対して行い一致度係数（ r ）が最大（1.0）になるポイントを移動量として検出する。このとき一致度は r に 100 をかけたものと定義する。

[0039]

[数1]

$$r^2 = \frac{\{n \sum fg - \sum f \sum g\}^2}{\{n \sum f^2 - (\sum f)^2\} \{n \sum g^2 - (\sum g)^2\}} \dots\dots\dots (1)$$

f : ソース画像

g : テンプレート画像

n : テンプレート領域内有効画素数

(1<n<=65536 : 256×256 相当)

[0040] 本方式を用いれば、相関係数算出の計算式自体がデータを正規化しているので明るさの変動やボケに対して一致度が高くなる。これらの演算は、テンプレート画像の領域と対応するソース画像の一領域に対して行われる。本発明による正規化相関サーチは、セットアップ、トレーニング、サーチの3段階を設定しており、セットアップは、テンプレート画像を入力画像から切り出すことで、トレーニングは、切り出した画像を正規化相関サーチのテンプレート画像として登録する。次にサーチは、トレーニングで登録したテンプレートのサーチを行うこととする。移動量計算は、移動位置を計算して、サブピクセル精度で計算を行う。

[0041] 図12に粒子の面積や周長を測定した例を示す。面積と周長は二近化処理を行い図のように処理してもいい。

[0042] 図13に視野合わせを実施した例を示す。トレース機能で用いた粒子の移動量をステージ並びにイメージシフトで補正を行い視野位置を合わせる。

[0043] 図14に本発明の制御ブロック図と図15に制御例を示す。図15の横軸は、時間で縦軸は真空度で、所定の時間で真空度を上昇させて制御することにより、反応を制御して試料の移動を低減することができる。

[0044] 図16において、真空圧の制御方法を示す。ガス導入バルブの開閉により試料近傍の真空度を制御することが可能となる。

符号の説明

[0045] 1…電子銃、2…第1照射レンズコイル、3…第2照射レンズコイル、4…第1偏向コイル、5…第2偏向コイル、6…対物レンズコイル、7…第1電磁式試料イメージ移動用コイル、8…第2電磁式試料イメージ移動用コイル

ル、 9…第 1 中間レンズコイル、 10…第 2 中間レンズコイル、 11…第 1 投射レンズコイル、 12…第 2 投射レンズコイル、 13～23…励磁電源、 24～34…DAC、 35…マイクロプロセッサ、 36…記憶装置、 37…演算装置、 38…モニタコントローラ、 39…モニタ、 40～41… I/F 、 42…倍率切替用ロータリーエンコーダ、 43…入力用ロータリーエンコーダ、 44…キーボード、 45…RAM、 46…ROM、 47…走査像取り込みインターフェース、 48…画像取込みインターフェース、 49…明視野像検出器、 50…暗視野像検出器、 51…2次電子検出器、 52…X線検出器、 53…試料ステージ、 54…CL検出器、 55…反射電子検出器、 59…加熱ヒータ、 60…ガス導入装置、 62…調整バルブ、 63…噴射口、 64…加熱ヒータ、 65…真空計、 70…試料、 77…真空計、 81…ガス制御装置、 82…検出器制御装置、 83…ヒータ制御装置、 90…圧力表示部、 95…録画制御装置、 101…画像表示部

請求の範囲

- [請求項1] 電子銃からの電子線が試料に照射されることで発生する電子を検出する検出器と、
- 当該検出器の出力に基づいて前記試料の顕微鏡像を表示する表示装置と
- 前記試料にガスを放出するためのガス導入装置と、
- 当該ガス導入装置によるガス放出中に、前記検出器が設置された空間内の真空度が継続的に設定値未満に保持されるように前記ガス導入装置によるガス放出量を制御するガス制御装置と、
- を備えることを特徴とする電子顕微鏡。
- [請求項2] 請求項1において、
- 前記検出器を複数備えており、
- 前記表示装置は、前記複数の検出器の出力に基づいて複数の顕微鏡像を同時に表示し、
- 当該複数の顕微鏡像を同時に動画として保存および再生する保存再生装置を備えることを特徴とする電子顕微鏡。
- [請求項3] 請求項2に記載の電子顕微鏡において、
- 保存した動画像にて、UI上で任意の形状を指定することで、動画ファイル内で画像相関により形状を追尾し、その移動軌跡をデータ化すると共に、動画上に軌跡を表示することを特徴とする電子顕微鏡。
- [請求項4] 請求項2に記載の電子顕微鏡において、
- 複数検出器画像同時表示にて、任意の形状を指定することで、画像相関により表示画像の形状を追尾し、その移動軌跡をデータ化すると共に、表示画像上に軌跡を表示することを特徴とする電子顕微鏡。
- [請求項5] 請求項2に記載の電子顕微鏡において、
- 保存した動画像にて、UI上で任意の形状を指定することで、動画ファイル内で画像相関により形状を追尾し、その位置に視野を固定することで、動画上でドリフトのない画像を表示することを特徴とする電

子顕微鏡。

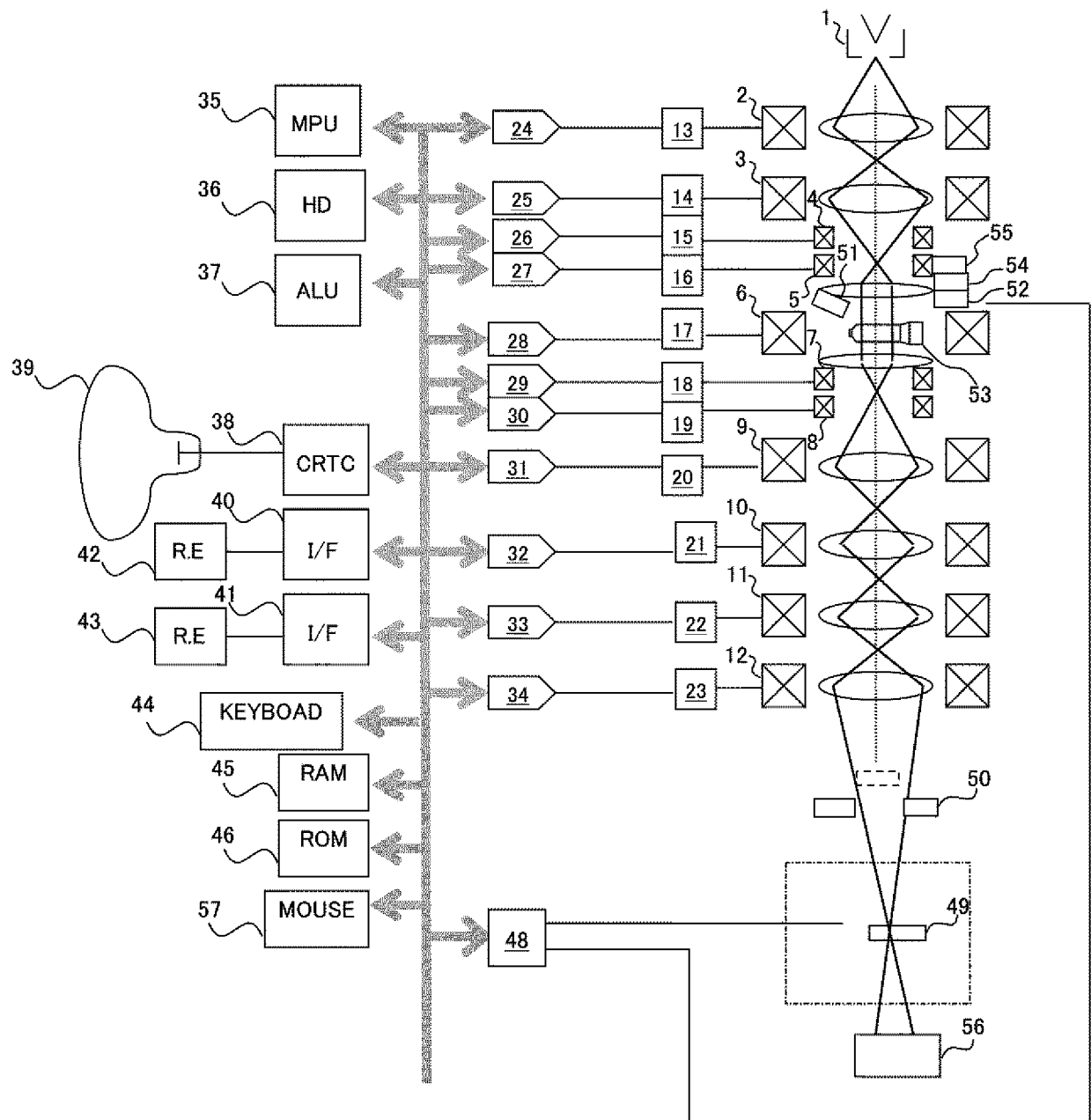
[請求項6]

請求項2に記載の電子顕微鏡において、
電磁的または機械的に視野を移動する視野移動手段を備え、
複数検出器画像同時表示にて、任意の形状を指定することで、画像
相関により表示画像の形状を追尾し、前記視野移動手段を用いて、指
定した位置に視野移動を行うことで、ドリフトのない画像を表示する
ことを特徴とする電子顕微鏡。

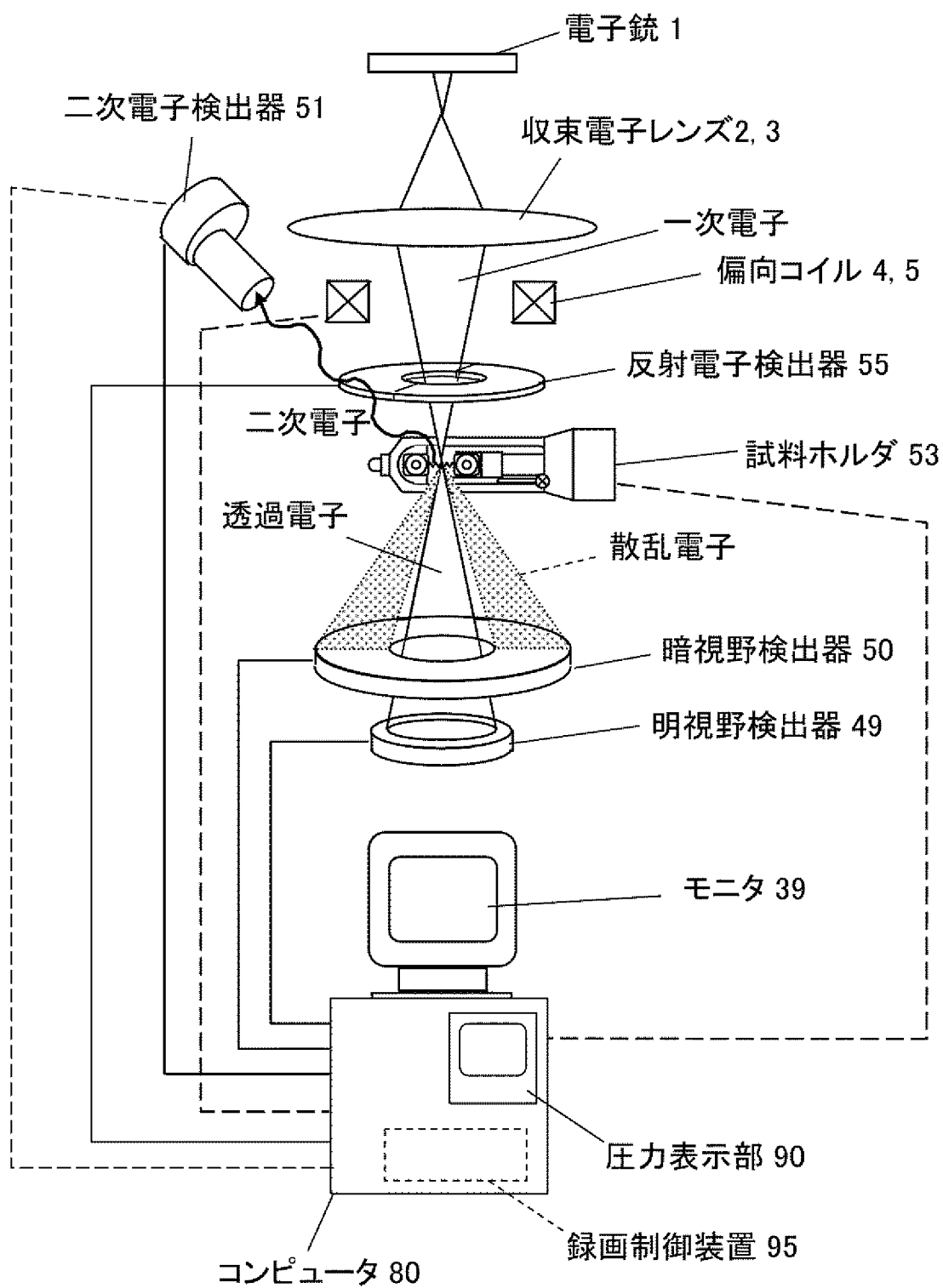
[請求項7]

請求項2に記載の電子顕微鏡において、
画像内の特徴点の移動を検出することで、各視野において、追尾し
た形状を抽出して、その抽出した形状に対して、面積、周長等の計測
ができることを特徴とする電子顕微鏡。

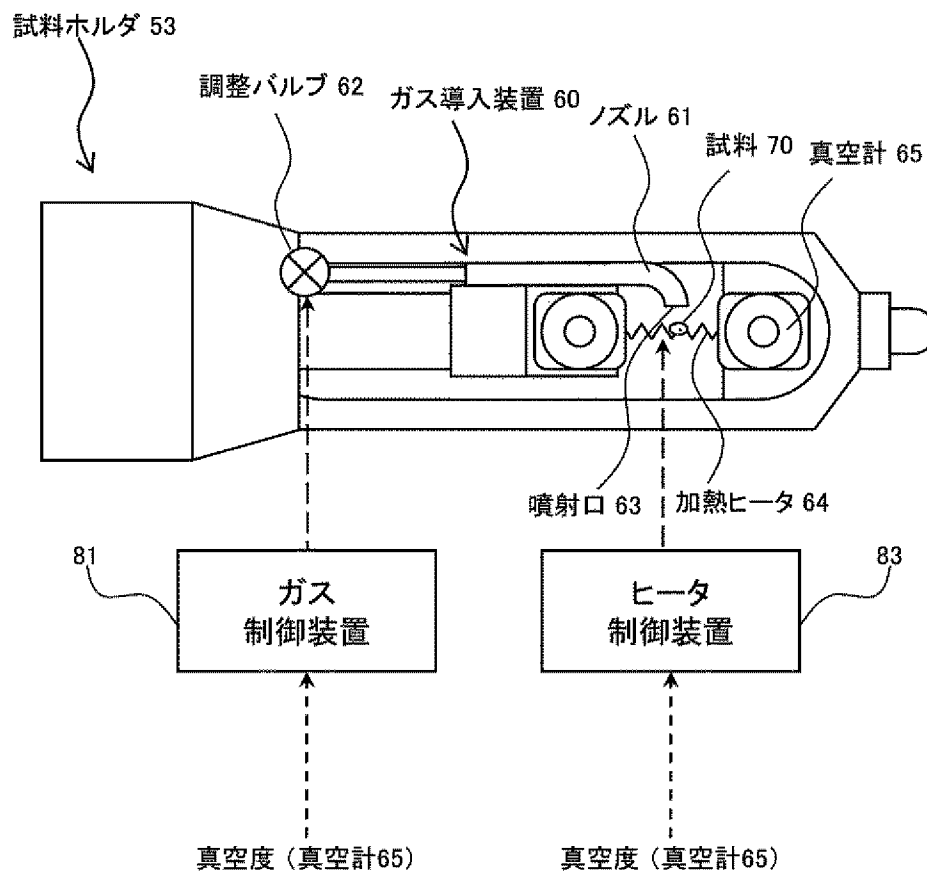
[図1]



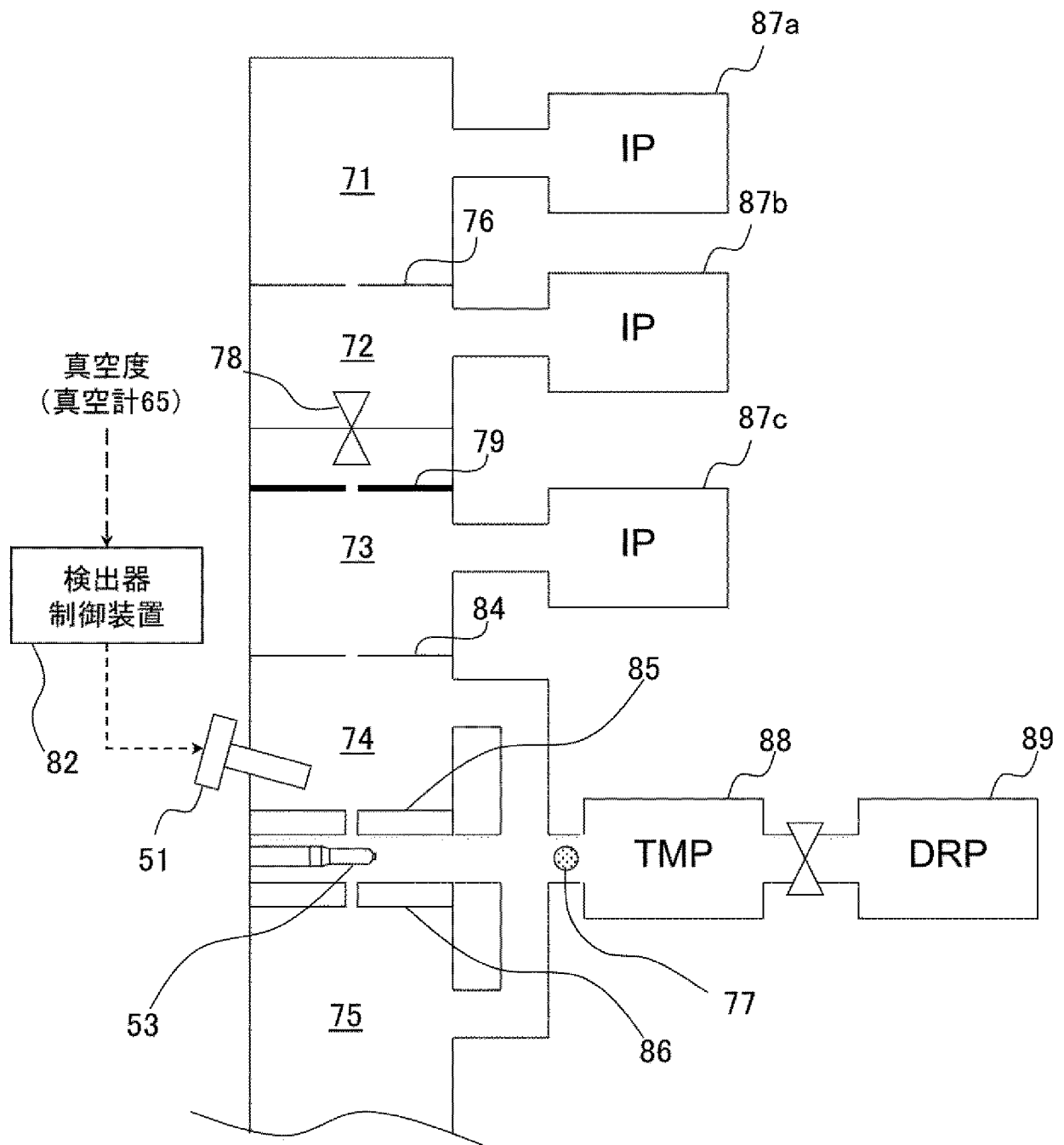
[図2]



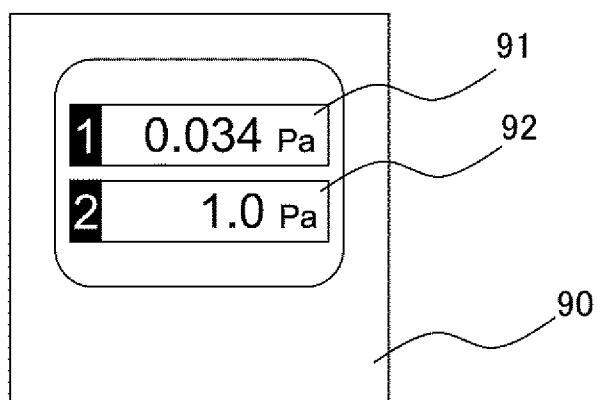
[図3]



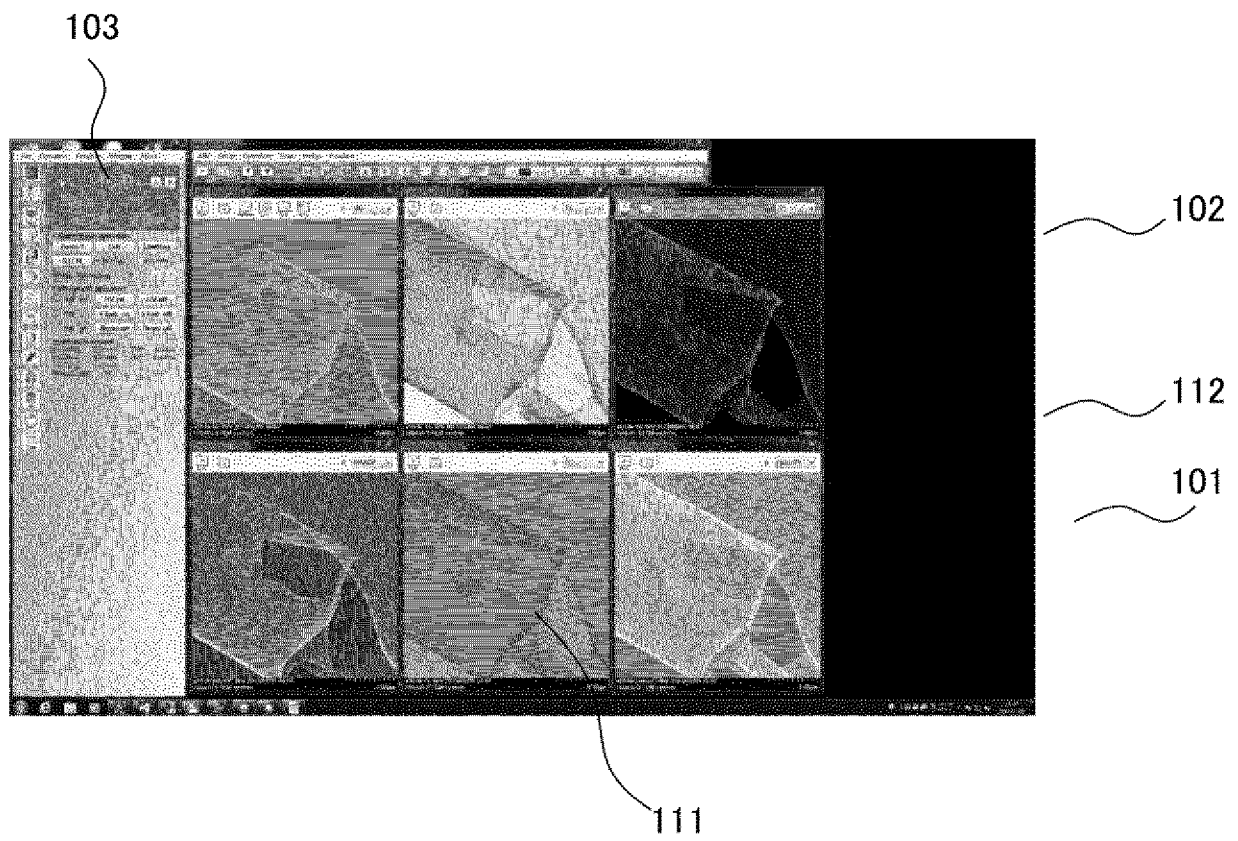
[図4]



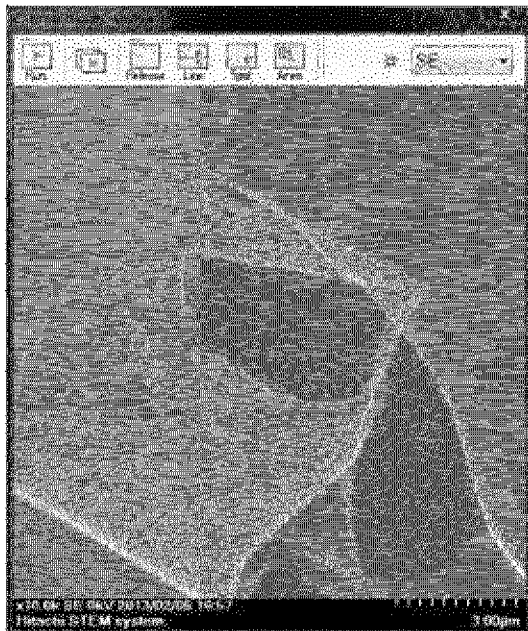
[図5]



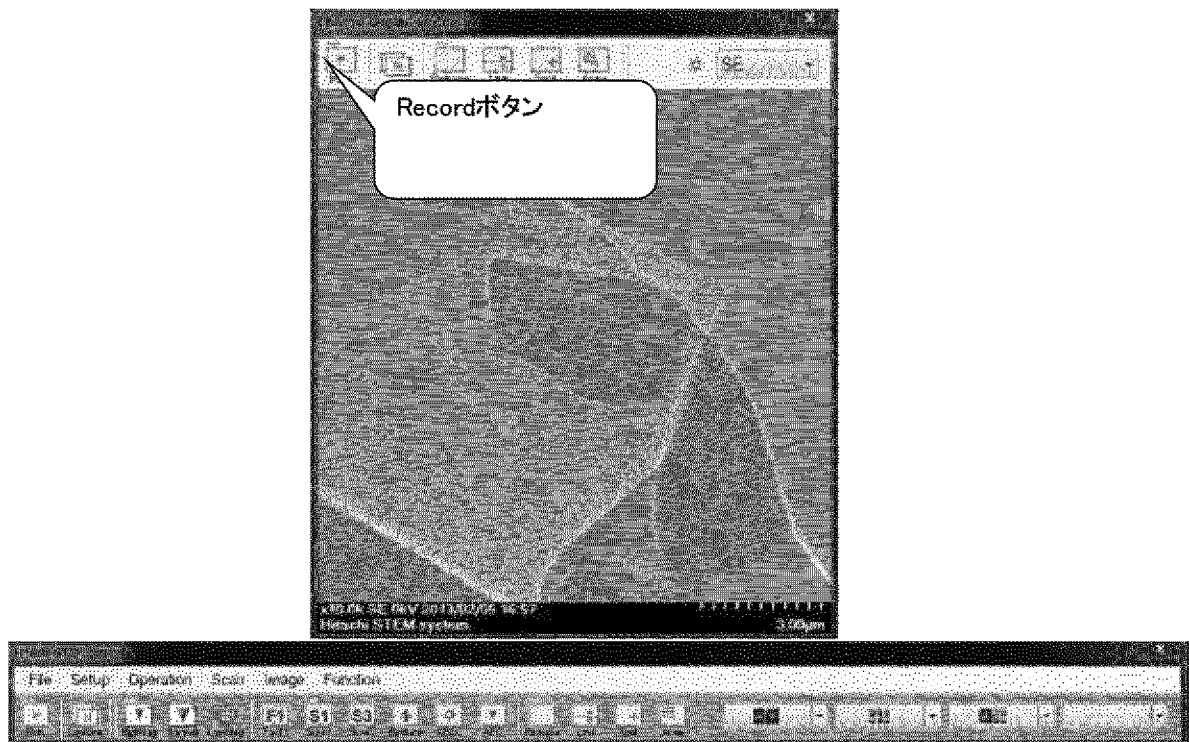
[図6]



[図7]

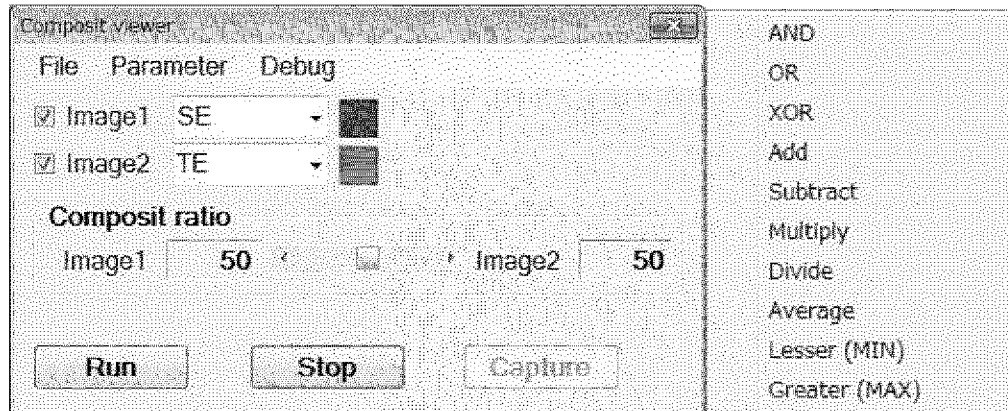


[図8]

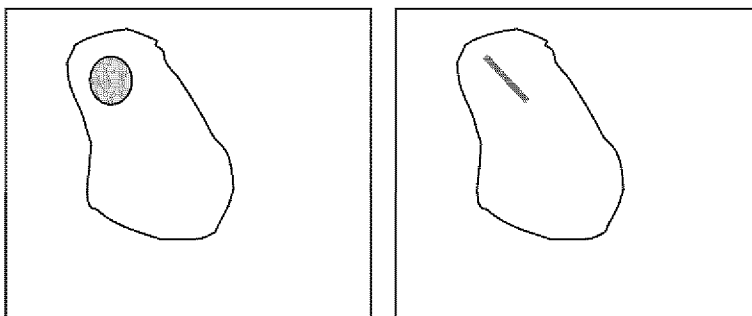


動画取込例

[図9]

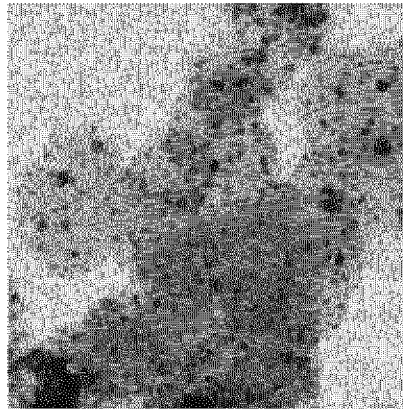
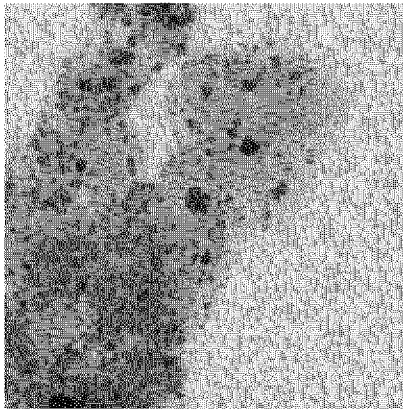
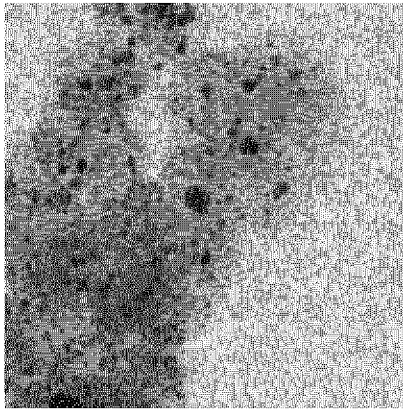


[図10]



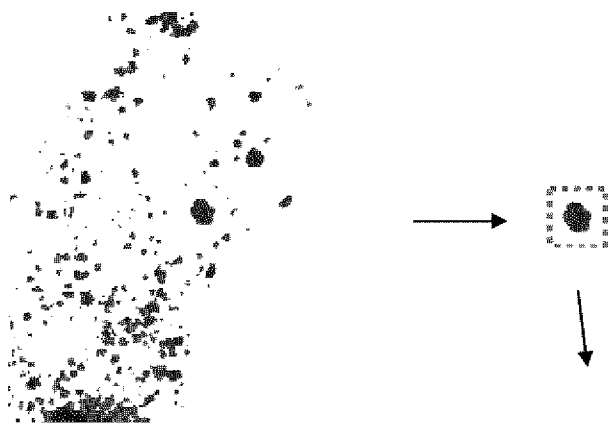
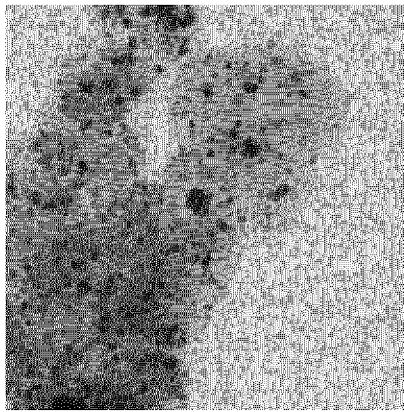
トレース機能(形状追跡)例

[図11]



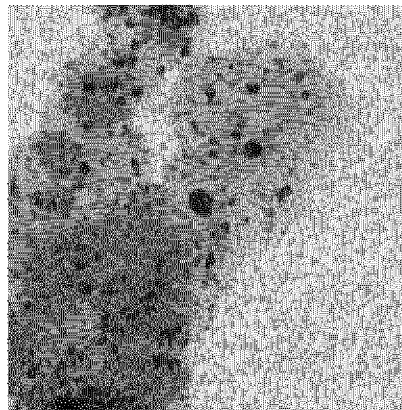
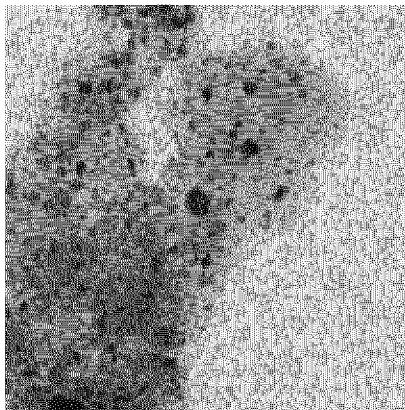
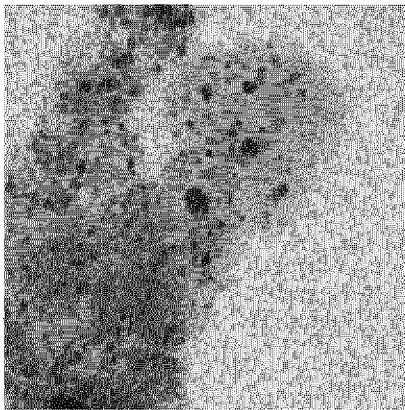
トレース実行例

[図12]



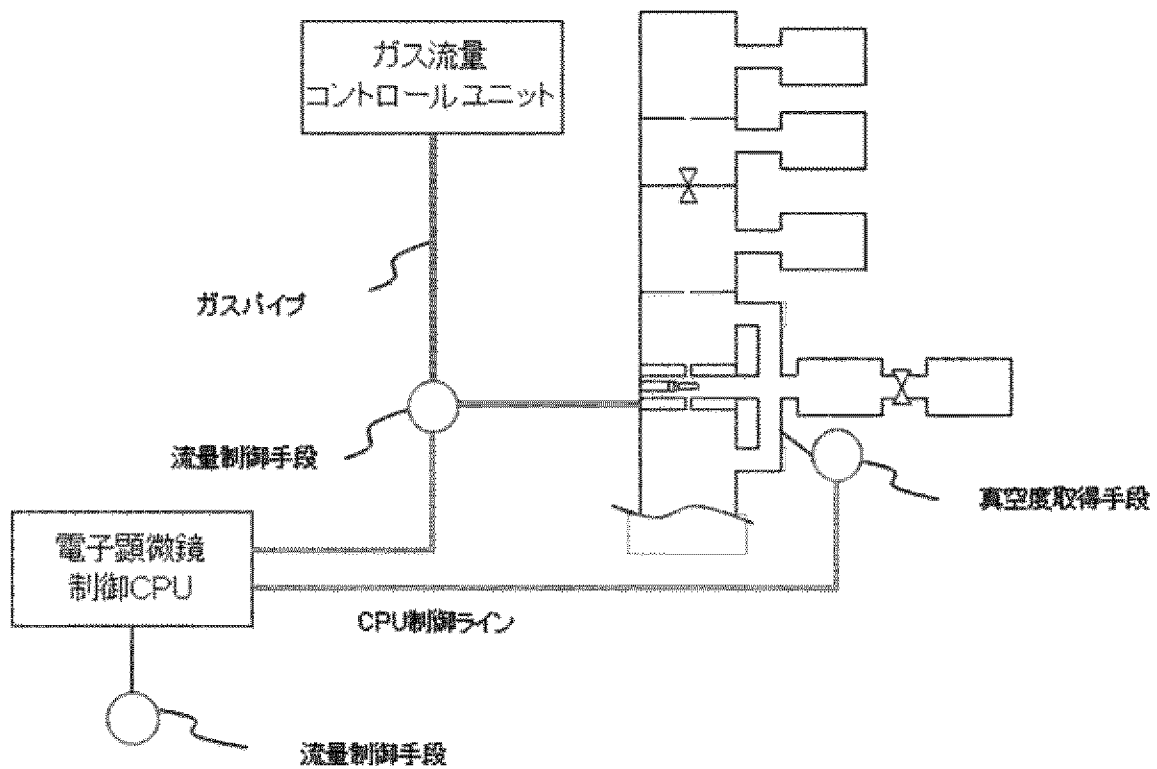
面積、周長等を計測。

[図13]



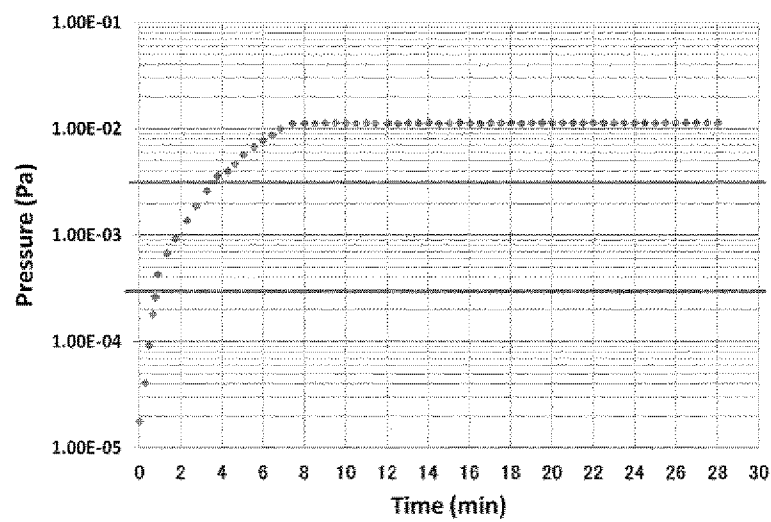
視野位置合わせ例

[図14]

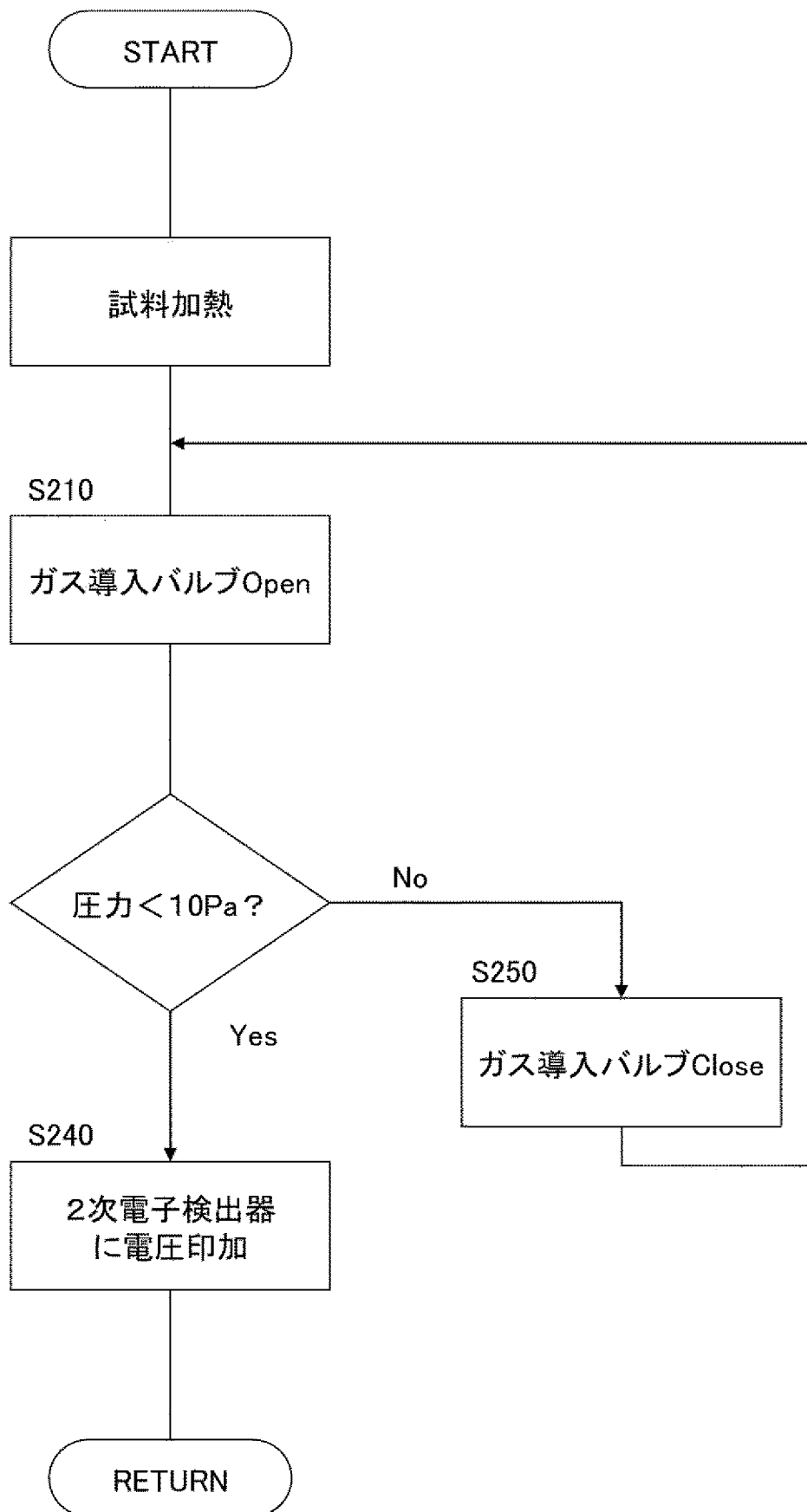


[図15]

自動ガス導入量制御例



[図16]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/056823

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01J37/28(2006.01)i, H01J37/22(2006.01)i, H01J37/244(2006.01)i, H01J37/26(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)

H01J37/28, H01J37/22, H01J37/244, H01J37/26

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.
Y	JP 5-325859 A (Hitachi, Ltd.), 10 December 1993 (10.12.1993), claim 1; paragraph [0001] (Family: none)	1-2
Y	JP 2002-100316 A (JEOL Ltd.), 05 April 2002 (05.04.2002), paragraphs [0002] to [0006] (Family: none)	1-2
Y	JP 2008-47310 A (Hitachi High-Tech Science Systems Corp.), 28 February 2008 (28.02.2008), paragraph [0034] & US 2008/0035843 A1	2

☒ 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
11 April, 2014 (11.04.14)

Date of mailing of the international search report
22 April, 2014 (22.04.14)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/056823

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2011-154921 A (Hitachi High-Technologies Corp.), 11 August 2011 (11.08.2011), paragraph [0002] (Family: none)	2
A	JP 2005-190864 A (Hitachi High-Technologies Corp.), 14 July 2005 (14.07.2005), entire text; all drawings (Family: none)	1-7
A	JP 2011-3426 A (JEOL Ltd.), 06 January 2011 (06.01.2011), entire text; all drawings & US 2011/0139986 A1	1-7

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. H01J37/28(2006.01)i, H01J37/22(2006.01)i, H01J37/244(2006.01)i, H01J37/26(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. H01J37/28, H01J37/22, H01J37/244, H01J37/26

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
Y	JP 5-325859 A（株式会社日立製作所）1993.12.10, 請求項1, 【0001】（ファミリーなし）	1 - 2
Y	JP 2002-100316 A（日本電子株式会社）2002.04.05, 【0002】 - 【0006】（ファミリーなし）	1 - 2
Y	JP 2008-47310 A（株式会社日立ハイテクサイエンスシステムズ）2008.02.28, 【0034】 & US 2008/0035843 A1	2

☒ 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

1 1 . 0 4 . 2 0 1 4

国際調査報告の発送日

2 2 . 0 4 . 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）

桐畑 幸▲廣▼

2 G

9 6 0 6

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
Y	JP 2011-154921 A (株式会社日立ハイテクノロジーズ) 2011.08.11, 【0002】 (ファミリーなし)	2
A	JP 2005-190864 A (株式会社日立ハイテクノロジーズ) 2005.07.14, 全文全図 (ファミリーなし)	1 - 7
A	JP 2011-3426 A (日本電子株式会社) 2011.01.06, 全文全図 & US 2011/0139986 A1	1 - 7