

(19) 日本国特許庁(JP)

再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

W02017/170558

発行日 平成31年4月11日 (2019. 4. 11)

(43) 国際公開日 平成29年10月5日 (2017. 10. 5)

(51) Int.Cl.
H01J 37/295 (2006.01)

F I
H01J 37/295

テーマコード (参考)

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 18 頁)

<p>出願番号 特願2018-508078 (P2018-508078)</p> <p>(21) 国際出願番号 PCT/JP2017/012654</p> <p>(22) 国際出願日 平成29年3月28日 (2017. 3. 28)</p> <p>(31) 優先権主張番号 特願2016-69638 (P2016-69638)</p> <p>(32) 優先日 平成28年3月30日 (2016. 3. 30)</p> <p>(33) 優先権主張国 日本国 (JP)</p>	<p>(71) 出願人 504261077 大学共同利用機関法人自然科学研究機構 東京都三鷹市大沢二丁目2 1 番 1 号</p> <p>(74) 代理人 100094352 弁理士 佐々木 孝</p> <p>(72) 発明者 永谷 幸則 愛知県岡崎市明大寺町字東山5-1 大学 共同利用機関法人自然科学研究機構 生理学 研究所内</p>
--	---

最終頁に続く

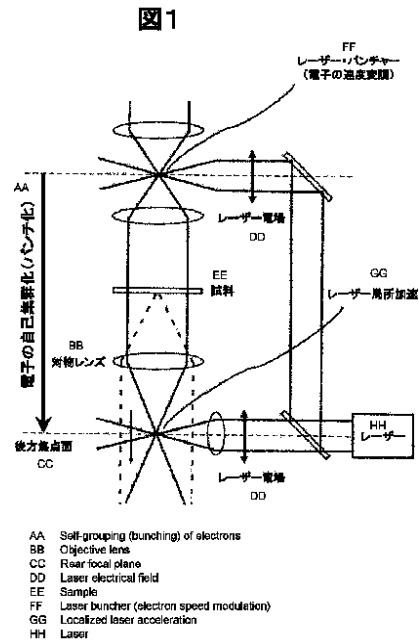
(54) 【発明の名称】 位相差透過電子顕微鏡装置

(57) 【要約】

【課題】 電子線の位相変調量が可変で、電子線を吸収せず、かつ、電子線の照射に影響されない長寿命な位相変調手段を備えた位相差透過電子顕微鏡を提供する。

【解決手段】 電子顕微鏡 10 は、電子銃と、前記電子線源と対物レンズの間に配置され、前記電子線源から放射された電子線に対してレーザーを照射する第一のレーザー照射過程と、前記対物レンズの背後の焦点面上に配置され、試料を透過した電子線の焦点にレーザーを収束して照射する第二のレーザー照射過程と、結像光学系により試料像を電子線の強度分布として検出するスクリーンもしくは2次元電子線センサとを備える。

【選択図】 図 1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

電子線を放射する電子源と、
対物レンズと、
前記電子線源と前記対物レンズの間に配置され、試料を保持するための試料保持台と、
前記対物レンズの後方に配置された結像光学系と、
前記結像光学系による試料像を、電子線の強度分布として検出するための手段とを備えた透過電子顕微鏡装置であって、
前記対物レンズの背後の焦点面上において、前記電子線に、その進行方向と平行である電場の向きを有するレーザー光を照射する第 1 のレーザー光照射手段を備えていることを特徴とする位相差透過電子顕微鏡装置。

10

【請求項 2】

前記請求項 1 に記載した位相差透過電子顕微鏡装置において、さらに、前記電子線源と前記対物レンズの間において前記電子線源から放射された電子線を集光する第 1 の集光レンズを備え、当該第 1 の集光レンズの焦点面上においてレーザーを照射する第 2 のレーザー光照射手段を備えていることを特徴とする位相差透過電子顕微鏡装置。

【請求項 3】

前記請求項 2 に記載した位相差透過電子顕微鏡装置において、前記第 2 のレーザー光照射手段からのレーザー光も、前記電子線の進行方向と平行である電場の向きを有するレーザー光であることを特徴とする位相差透過電子顕微鏡装置。

20

【請求項 4】

前記請求項 3 に記載した位相差透過電子顕微鏡装置において、前記第 1 のレーザー光照射手段からのレーザー光と前記第 2 のレーザー光照射手段からのレーザー光は、同一のレーザー発振器から発生されたレーザー光であることを特徴とする位相差透過電子顕微鏡装置。

【請求項 5】

前記請求項 4 に記載した位相差透過電子顕微鏡装置において、前記同一のレーザー発振器は、シングルモードのレーザー発振器であることを特徴とする位相差透過電子顕微鏡装置。

【請求項 6】

前記請求項 4 に記載した位相差透過電子顕微鏡装置において、前記第 2 のレーザー光照射手段によるレーザー光の照射の下流側で前記試料を透過する以前の前記電子線の焦点にレーザーを照射する第 3 のレーザー光照射手段を備えていることを特徴とする位相差透過電子顕微鏡装置。

30

【請求項 7】

前記請求項 6 に記載した位相差透過電子顕微鏡装置において、前記第 3 のレーザー光照射手段からのレーザー光も、前記電子線の進行方向と平行である電場の向きを有するレーザー光であることを特徴とする位相差透過電子顕微鏡装置。

【請求項 8】

前記請求項 7 に記載した位相差透過電子顕微鏡装置において、前記第 1 のレーザー光照射手段からのレーザー光と前記第 2 のレーザー光照射手段からのレーザー光と前記第 3 のレーザー光照射手段からのレーザー光は、同一のレーザー発振器から発生されたレーザー光であることを特徴とする位相差透過電子顕微鏡装置。

40

【請求項 9】

前記請求項 8 に記載した位相差透過電子顕微鏡装置において、前記同一のレーザー発振器は、シングルモードのレーザー発振器であることを特徴とする位相差透過電子顕微鏡装置。

【請求項 10】

前記請求項 1 に記載した位相差透過電子顕微鏡装置において、前記試料像の検出手段は、スクリーンもしくは 2 次元電子線センサを含んでいることを特徴とする位相差透過電子

50

顕微鏡装置。

【請求項 1 1】

前記請求項 1 に記載した位相差透過電子顕微鏡装置において、前記照射レーザーのパラメータを変化させ、複数の画像を取得することにより、前記試料による位相変化、振幅変化、もしくは、ビジビリティを画像として検出することを特徴とする位相差透過電子顕微鏡装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、透過電子顕微鏡装置 (Transmission Electron Microscope: TEM) に関し、特に、電子線の位相をコントラストに変換して観察する位相差透過電子顕微鏡装置に関する。

10

【背景技術】

【0002】

電子銃から放出されて試料を透過した電子線を用いて被検査対象を観察する透過電子顕微鏡は、例えば、以下の特許文献 1 や 2 を始めとする種々の文献により知られており、薄い試料のナノメートルの構造を観察する等において広く用いられている。即ち、透過電子顕微鏡によれば、試料に電子線を照射し、当該試料を透過した電子線を、スクリーンや 2 次元検出器上に拡大投影し、試料内部の構造を透かして観る手法であり、試料物体内部の電子線の吸収度を反映した投影像が得られる。

20

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献 1】特開 2006 - 114348 号公報

【特許文献 2】特開 2012 - 3843 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

かかる透過電子顕微鏡においては、一般に、電子線の吸収が少なくコントラストの付きにくい無染色の生体軟組織や樹脂などを対象とするときには、焦点を最適だけ外す (所謂、シェルツァー・フォーカス) ことにより、試料物体を透過する電子線の位相をコントラストに変換して観察する、所謂、デフォーカス位相差電子顕微鏡法が用いられている。これは、対物レンズの収差を積極的に利用し、焦点ずらしにより近距離での量子干渉効果を惹起し、干渉コントラストを得るという原理によるものである。しかしながら、同種の軽元素を主成分とする無染色の生体組織や樹脂などを対象とする場合には、得られる像にコントラストが付き難いという欠点があった。

30

【0005】

従来、これを解決する手法としては、ゼルニケ位相板を用いることにより試料物体を透過する電子線の位相をコントラストに変換して観察する、ゼルニケ位相差電子顕微鏡法 (図 6 を参照) が用いられている。

40

【0006】

この図 6 に示すゼルニケ位相差電子顕微鏡法では、電子銃と収束光学系を用いて試料を電子線で照射し、試料後方の焦点面にゼルニケ位相板を挿入することにより、試料による電子線の位相変化をスクリーン上でのコントラストに変換している。ゼルニケ位相板は、焦点面上の中心にある電子線の焦点 (ビームスポット) の位相に対して、試料により散乱された電子線の相対位相を、プラスないしマイナス方向に 90 度変化させる機能、所謂、位相変調機能をもっている。

【0007】

これまでに、厚さ数 10nm のアモルファス炭素薄膜の中心に直径数 100nm の穴を開けた炭素薄膜型ゼルニケ位相板、アモルファス炭素薄膜をそのまま使い、電子線ビームスポット

50

照射による炭素薄膜の物性変化を位相変調に用いる穴なし炭素薄膜型ゼルニケ位相板、シリコン微細加工技術により中心部だけに電位差を生じさせるアインツェルレンズ型位相板などが提案されている。

【0008】

しかしながら、これらの位相板は、焦点面上の強い強度の電子線スポット近傍に置かれるため、電子線照射により位相板の物性が経時変化して、結果として位相コントラストが正しく再生されなくなってしまう問題があり、これは位相板の帯電現象として認識されている。即ち、これらの位相板は、その寿命が短く、更には、操作を誤り収束電子ビームが直接当たった場合には、瞬時に壊れてしまうなどの問題点が指摘されていた。

【0009】

また、位相板は、位相を変調する本来の機能の他に、電子線を吸収してしまうという副作用をも有しており、そのため、試料を透過した電子線の一部を吸収により無駄にしまい、結果として、試料の電子線被曝が増大してしまうという問題をも抱えている。

【0010】

タンパク質やウイルス粒子などの生体物質は電子線の照射に対して脆弱であり、試料を透過し試料の情報を保持した電子線の一部を無駄にすることは、極力、避けなければならない。電子線照射に対して脆弱な試料に対する空間分解能は、電子顕微鏡の装置分解能ではなく、試料を破壊せずに照射可能な単位面積当たり電子線量と、得られるコントラスト（＝試料による光量変化／背景光量）の強さで決まる（所謂、ローズ限界）ことから、高いコントラストだけでなく試料透過の電子ビームを無駄にしない事の両方が要求される。

【0011】

そこで、本発明は、上述したような従来技術における事情に鑑みてなされたものであり、その目的は、位相変調量を簡単・瞬時かつ連続的に可変調整することが可能であり、試料透過後の電子線を吸収することもなく、しかも、従来位相板のように電子線の照射等の誤操作などでも簡単に壊れることなく、その取り扱いも簡単で、かつ、寿命の長い位相変調手段を実現し、機能的にも優れた高いコントラストの位相差透過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】

【0012】

上述した目的を達成するため、本発明によれば、まず、電子線を放射する電子源と、対物レンズと、前記電子線源と前記対物レンズの間に配置され、試料を保持するための試料保持台と、前記対物レンズの後方に配置された結像光学系と、前記結像光学系による試料像を、電子線の強度分布として検出するための手段とを備えた透過電子顕微鏡装置であって、前記対物レンズの背後の焦点面上において、前記電子線に、その進行方向と平行である電場の向きを有するレーザー光を照射する第1のレーザー光照射手段を備えている位相差透過電子顕微鏡装置が提案される。

【0013】

また、本発明では、上記に記載した位相差透過電子顕微鏡装置において、さらに、前記電子線源と前記対物レンズの間において前記電子線源から放射された電子線を集光する第1の集光レンズを備え、当該第1の集光レンズの焦点面上においてレーザーを照射する第2のレーザー光照射手段を備えていることが好ましく、更には、前記第2のレーザー光照射手段からのレーザー光も、前記電子線の進行方向と平行である電場の向きを有するレーザー光であることが好ましい。

【0014】

そして、本発明では、上記に記載した位相差透過電子顕微鏡装置において、前記第1のレーザー光照射手段からのレーザー光と前記第2のレーザー光照射手段からのレーザー光は、同一のレーザー発振器から発生されたレーザー光であることが好ましく、更には、前記同一のレーザー発振器は、シングルモードのレーザー発振器であることが好ましい。また、前記第2のレーザー光照射手段によるレーザー光の照射の下流側で前記試料を透過する以前の前記電子線の焦点にレーザーを照射する第3のレーザー光照射手段を備えている

10

20

30

40

50

ことが好ましく、そして、前記第3のレーザー照射手段からのレーザー光も、前記電子線の進行方向と平行である電場の向きを有するレーザー光であることが好ましく、更には、前記第1のレーザー照射手段からのレーザー光と前記第2のレーザー照射手段からのレーザー光と前記第3のレーザー照射手段からのレーザー光は、同一のレーザー発振器から発生されたレーザー光であることが好ましい。加えて、前記同一のレーザー発振器は、シングルモードのレーザー発振器であり、更には、前記試料像の検出手段は、スクリーンもしくは2次元電子線センサを含んでいることが好ましい。

【0015】

加えて、上記に記載の位相差透過電子顕微鏡装置では、前記照射レーザーのパラメータを変化させ、複数の画像を取得することにより、前記試料による位相変化、振幅変化、もしくは、ビジビリティを画像として検出することが好ましい。

10

【発明の効果】

【0016】

上述した本発明によれば、位相変調量が可変であり、試料への電子線被曝を最小化し、かつ、電子線の照射等によって壊れず、実質的に無制限な寿命を有する電子顕微鏡用ゼルニケ位相板を実現し、試料物体による電子線の位相変化を高コントラストで画像化し、試料物体による電子線の位相および振幅の変化の分布、ならびにビジビリティの分布を定量的に計測することが可能な透過電子顕微鏡を提供することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【0017】

20

【図1】本発明の位相差透過電子顕微鏡装置の原理について説明する図である。

【図2】本発明の位相差透過電子顕微鏡装置の変形例について説明する図である。

【図3】本発明の第1の実施例になる位相差透過電子顕微鏡装置の具体的な構成を示す図である。

【図4】上記位相差透過電子顕微鏡装置のレーザー発生装置の具体的な構成を示すブロック図である。

【図5】本発明の第2の実施例になる位相差透過電子顕微鏡装置の具体的な構成を示す図である。

【図6】従来技術になる位相差電子顕微鏡の構成図である。

【図7】従来技術におけるレーザー光の照射による電子ビームの振動を説明するための図である。

30

【発明を実施するための形態】

【0018】

以下、添付の図面を参照しながら、本発明を実施するための形態（以下、「実施例」とも称する）について詳細に説明するが、それに先立ち、本発明の基本的な特徴や考え方等について述べる。

【0019】

（偏光レーザー位相差TEM）

まず、本発明の基本的な考え方として、TEMの後方焦点面にレーザー焦点を導入し、当該レーザーの電場で後方焦点面内の電子位相を局所的に操作することであり、その際、レーザーの偏光方向（レーザーの電場の方向）を電子ビーム軸（電子の進行方向）と平行に導入することである。

40

【0020】

なお、TEMの後方焦点面にレーザー焦点を導入し、当該レーザーの電場で後方焦点面内の電子位相を局所的に操作することは、既に、R. Glaser et al.により提案されていた。しかしながら、この方式では、図7にも示すように、レーザーの偏光方向と電子の進行方向とは直交しており、原理的には、後方焦点面では、電子ビームはその進行方向に対して左右に振られ、もって光路長が延長して位相差を生じさせることとなるが、しかしながら、必要とされる90度程度の位相差を得るためには、数kW級の出力のレーザーが必要となり、実際の装置に組み込んで実現することは難しいことが分かった。

50

【 0 0 2 1 】

発明者の種々の検討によれば、対物レンズの後方焦点に収束するレーザー光を、レーザー偏光が電子ビームの軸と平行になるように導入し、当該レーザーの電場で局所的に電子を加速できれば、合計で5mW級のレーザーでも必要な90度の位相差を得られることが確認された。ただし、実際には、レーザーの電場は、光の周波数である300THz程度で向きが交替的に振動しているため、この周波数での加速と減速とが入り交じっており、さらに加速と減速では位相コントラストの明と暗が逆転しているために、位相コントラストがキャンセルされるため、そのままでは利用できない。

【 0 0 2 2 】

(事前バンチャー式レーザー位相差TEM)

そこで、本発明では、上記レーザー焦点に、加速(又は、減速)されるタイミングだけ電子を投入することによって上述した課題を解決するものであり、図1にも示すように、レーザー光の事前の照射により電子の速度変調を行い、速度変調された電子の自己集群化(バンチ化(bunching):即ち、レーザー・バンチャー)を利用して、対物レンズ後方焦点面のレーザー照射点への到着タイミングのレーザー振動数への同期化(タイミング調整)を行い、加速と減速とが入り交じることなく、電子を一方向(例えば、加速)に加速することにより、上述した必要な90度の位相差を得る。

10

【 0 0 2 3 】

可視領域波長のレーザー光は、直径 $d=1\mu\text{m}$ に絞り込む事が容易に可能であるが、例えば出力 $P_{\text{ow}}=2.1\text{mW}$ のレーザーを用いれば、その電力密度は $p=P_{\text{ow}}/(d/2)^2=2.65\text{W}/\mu\text{m}^2$ となるが、真空のインピーダンス $Z_0=120$ を用いれば、絞り込んだレーザー光の電場の強度は概ね $E=(pZ_0)=1\text{V}/\mu\text{m}$ となる。このレーザー電場と平行な向きに光速に近い速度 v の電子が入射した場合、直径 $d=1\mu\text{m}$ のレーザー焦点を通過するのに必要な時間は、レーザー光の振動周期(約300THz)と同程度であり、電子は+1eV程度から-1eV程度までの加減速を、レーザー光の振動に同期して受ける事になる。

20

【 0 0 2 4 】

電子の加速電圧 V と相対論係数 γ との関係 $\gamma=1+eV/(mc^2)$ 、及び相対論係数 γ と速度 v との関係 $v/c=(1-\gamma^{-2})^{1/2}$ に注意すると、加速電圧 $V=200\text{kV}$ の電子ビーム(質量 $m=511\text{keV}/c^2$)の場合、その速度 v は光速 $c=3.00\times 10^8\text{m}/\text{sec}$ の69.5%であり、 $eV=1\text{eV}$ の加減速による速度変調 Δv は、 $\Delta v/v=(\Delta v/V)/v \times V=(v/c)^{-2} \times eV/mc^2=1.50\times 10^{-6}$ と求められる。

30

【 0 0 2 5 】

この Δv の速度変調を受けた電子が、距離 $L=0.3\text{m}$ を自由運動すれば、変調を受けていない電子に対して相対位置の差 $\Delta L=L \times \Delta v/v=0.45\mu\text{m}$ を得る事になる。その結果、距離 L 程度の自由運動により、交代する加速と減速の双方の効果として、加速された速い速度の電子が減速された遅い電子に追いつく事になり、電子の位置がレーザーの波長($1\mu\text{m}$ 弱)と同程度の間隔をもって集群化(バンチ化)される事が分かる。なお、この電子バンチの通過タイミングは、レーザーの周期に完全に同期している。

【 0 0 2 6 】

以上の説明では、加速器分野で用いられる集群化(バンチ化)の考え方を援用したが、実際の電子顕微鏡の電子ビーム内の電子ビーム軸方向の電子の密度(平均電子間隔は v_e/l で与えられ、 e は素電荷、 l はビーム電流で数百pA程度より、cmのオーダーとなる)は、電子ビーム軸方向のバンチの密度(バンチ間隔はレーザー光の波長の v/c 倍となり、上記例では $v/c=0.695$ より、サブマイクロンのオーダーとなる)よりも小さく、電子の集群化というよりも電子の入射タイミングのレーザー振動数への同期化と理解する方がより正確である。

40

【 0 0 2 7 】

即ち、以上に述べたことによれば：

(1)本発明に係る第1の観点は、電子源である電子銃と、前記電子線源と対物レンズの間に配置され、前記電子線源から放射された電子線に対してレーザー光を照射する第1の

50

レーザー照射過程と、前記対物レンズの背後の焦点面上に配置され、試料を透過した電子線の焦点にレーザーを収束して照射する第2のレーザー照射過程と、結像光学系により試料像を電子線の強度分布として検出するスクリーンもしくは2次元電子線センサとを備えるように構成される透過電子顕微鏡である。

【0028】

(2)また、上記(1)の構成において、第1および第2のレーザー照射過程でのレーザー電場の向きは、電子の進行方向と平行である事が重要であり、第1および第2のレーザーは、同じレーザー発振器より分波されて供給され、其々のレーザーの強度および相対位相を調整する機能とすることが好ましい。

【0029】

(3)即ち、上記(1)の構成によれば、第1のレーザー照射過程において、試料透過前に照射されたレーザー光により電子ビームは速度変調を受け、電子の自由運動により電子の位置が集群化する過程を備える事となる。

【0030】

(4)その後、上記(1)の構成において、試料を透過した電子ビームは、第2のレーザー照射過程での電子ビームの後方焦点面上の焦点への収束レーザーの照射により、焦点近傍の電子ビームのみが一方向的に加速もしくは一方向的に減速される。他方、焦点から離れた電子ビームは、加速も減速もされず、このことにより、後方焦点面上の焦点近傍の電子ビームのみが位相変調を受ける事となる。

【0031】

なお、後方焦点面上の焦点に照射する第2のレーザーに必要な出力は、集群化に必要な第1のレーザーの必要出力に比べ大幅に小さい値でよい。エネルギーを eV だけ変調を受けた電子波が、距離 L だけ自由伝播した場合の、電子波位相の相対変化は、 $h\omega = 6.58 \times 10^{-16} eV \cdot s$ を換算プランク定数(ディラック定数)として、電場に関するアハラノフ・ボームの関係式 $\Delta\phi = (e/h\omega) \int V dx$ により評価できる。即ち、位相差90度を得るのに必要な最小加速は $V = (h/e)(\omega/L)$ で与えられ、電子ビームの加速電圧が $V=200kV$ の場合、例えば、第2のレーザー照射の焦点からスクリーンまでの距離を $L=20cm$ とすれば、第2のレーザー焦点での必要な最小加速電圧は $V=1.08 \mu V$ 、必要最小レーザー出力は $P = V^2/Z_0 = 3.09 fW$ と求められる。

【0032】

上記の必要最小のレーザー出力値は極めて小さな値であるが、電子位相は360度変化でもとに戻ることから、この必要加速の任意の奇数倍であってもよく、レーザー出力値はこの必要最小値の任意の奇数の2乗倍であってもよい。また、レーザー位相と電子パンチのタイミング位相とを最適値からずらすことにより、必要となる出力値を必要最小出力値から任意倍に増やす事もできる。このため、取扱いの容易なミリボルト加速、ナノワット出力のレーザー光を用いてもよい。

【0033】

なお、よりコヒーレンスな実装としては、図2に示すような構成とすることも可能である。

【0034】

<第1の実施例>

続いて、上記した位相差透過電子顕微鏡の全体構成について、図3を参照しながら以下に詳細に説明する。なお、以下の説明では、電子顕微鏡を構成する各種の電子レンズは、実際には電磁場を形成するための電磁コイルにより構成されるが、以下の説明では、説明の簡素化のため、単にレンズを呼び、図中においても通常の光学レンズと同様の形態で示す。また、実施形態の説明の全体を通して同じ要素には同じ参照番号を付している。

【0035】

図からも明らかな様に、本発明の一実施例になる位相差透過電子顕微鏡は、一般的な電子顕微鏡と同様に、例えば、真空鏡筒内に、電子銃31と共に、収束光学系を構成する第1のコリメートレンズ32、集光レンズ33、第2のコリメートレンズ34等を備えてお

10

20

30

40

50

り、さらに、試料を所定の位置に保持する保持台（集合的に参照符号35で示す）、対物レンズ36、投影光学系を構成する投影レンズ37、そして、試料を透過した電子線により電子線を検出して映像を形成するための電子検出装置38を構成するスクリーンや2次元検出器を備えている。

【0036】

本発明によれば、上述した構成において、更に、後にその詳細を説明するレーザー発生装置40が設けられており、当該レーザー発生装置40からのレーザー光は、シングルモードかつ偏光面を保持する光ファイバー41-1を介して、バンチャー用レーザー照射装置50と位相調整用レーザー照射装置60とに供給され、それぞれ、電子線に照射される。

10

【0037】

バンチャー用レーザー照射装置50は、電子線の進行方向と平行な電場の向きに偏光されたレーザー光（図中の矢印を参照）を、電子銃31から放出された電子ビーム全体に照射する機能をもっている。なお、本例では、当該バンチャー用レーザー照射装置50は、コリメートレンズ51や集光レンズ52等を備えており、電子銃31から放出された電子ビームを集光する集光レンズ33の焦点面に沿って配置されている。これにより、焦点に収束された電子ビームに対し、光ファイバー41-1からの偏光されたレーザー光を収束して照射する。

【0038】

その結果、上記バンチャー用レーザー照射装置50から照射されるレーザー光の周波数で交替する電場により、電子ビームは、当該レーザー光の周波数で交替して加速（もしくは減速）され、換言すれば、電子ビームはレーザー光の周波数で速度変調を受けることとなる。なお、このようにして速度変調を受けた電子ビームは、顕微鏡鏡筒内における進行により、自発的に集群化（バンチ化：bunching）する。なお、電子の集群が通過する周期は、レーザーの振動数に一致している。

20

【0039】

その後、集群化した電子ビームは試料を透過し、図にも示すように、対物レンズ36の働きにより、後方焦点面には、電子線の焦点と共に試料による回折パターンが現れる。

【0040】

一方、位相調整用レーザー照射装置60は、同様に、レーザー発生装置40から光ファイバー41-2を介して供給された、電子線の進行方向と平行な電場の向きに偏光されたレーザー光（図中の矢印を参照）を、上述した対物レンズ36により後方焦点に収束された電子線に照射する機能を有する。なお、本例では、当該位相調整用レーザー照射装置60も、上記バンチャー用レーザー照射装置50と同様に、コリメートレンズ61や集光レンズ62等を備えており、対物レンズ36の後方焦点面に沿って（もしくは近傍に）配置されている。これにより、電子ビームの焦点に対してのみ、光ファイバー41-2からの偏光されたレーザー光が収束されて照射される。即ち、電子の集群が通過する周期はレーザーの振動数に一致している為、位相調整用レーザー照射装置60によるレーザー照射過程においては、電子線の焦点近傍のみが、一方的に、加速（もしくは減速）されることとなり、このことにより、必要な90度の位相差を得ることが可能となる。

30

40

【0041】

なお、上述した構成においては、バンチャー用レーザー照射装置50と位相調整用レーザー照射装置60は、鏡筒長さよりもコヒーレント長が長い単一のレーザー発振器により生成されたレーザーを照射するように構成されている（例えば、本例では300m以上）。また、バンチャー用レーザー照射装置50による集群化は、位相調整用レーザー照射装置60の照射部において最大となる様に設定されている。

【0042】

ここで、上記レーザー発生装置40の具体的な構成の一例を、図4に示す。この図からも明らかなように、レーザー発生装置40は、シングルモードのDPSSレーザー発振器401、分光ミラー402-1、402-2、そして、ダンパー403を含んでいる。な

50

お、本例では、このレーザー発振器 401 として、例えば、532 nm の波長で、300 mW の出力の Single Mode DPSS Laser LASOS GLK-532-300 (登録商標) を使用した。このレーザー発振器 401 により発生されたレーザー光は、例えば、ダイクロイックミラーなど、所望の偏光成分だけを選択的に反射することのできる分光ミラー 402-1、402-2 により、それぞれ、その一部が反射されて分岐された後、ダンパー 403 に吸収される。このように、同一のレーザー発振器と複数の分光ミラーを用いることで、複数の同一位相で所定の方向に偏光したレーザー光が、比較的簡単な構成により得られる。また、本例では、分光ミラー 402-1、402-2 としては、UVFS Beamsplitter Newport 10 Q40BS.1x2 (登録商標) を使用した。

【0043】

分光ミラー 402-1 により反射されたレーザー光は、第 1 段目において、強度変調器 404-1、位相変調器 405-1 において所望の強度および位相に変調され、カップラー 406-1 を介して上記光ファイバー 41-1 へ結合されている。また、分光ミラー 402-2 により反射されたレーザー光も、第 2 段目において、同様に、強度変調器 404-2、位相変調器 405-2 において所望の強度および位相に変調され、カップラー 406-2 を介して上記光ファイバー 41-2 へ結合されている。なお、ここでは、強度変調器 404-1、404-2 として、Amplitude Modulator Newport 4102 NF (登録商標) を、位相変調器 405-2、405-2 として、Phase Modulator Newport 4002 (登録商標) を、そして、カップラー 406-1、406-2 として、Single Mode Fiber Coupler Newport F91-C1 (登録商標) を採用した。また、上記の光ファイバー 41-1、41-2 には、Pol. Maint. Fiber Corning F-PM480 (登録商標) を採用した。

【0044】

上記のレーザー発生装置 40 には、更に、上記強度変調器 404-1、404-2 および位相変調器 405-2、405-2 を制御するための制御回路 / アンプ 407 とその制御装置である制御 PC 408 を備えている。なお、ここでは、上記第 1 段目の構成 (即ち、強度変調器 404-1、位相変調器 405-1、カップラー 406-1) からのレーザー光は、光ファイバー 41-1 を介して、上記バンチャー用レーザー照射装置 50 へ導かれており、上記第 2 段目の構成 (即ち、強度変調器 404-2、位相変調器 405-2、カップラー 406-2) からのレーザー光は、光ファイバー 41-2 を介して、上記位相調整用レーザー照射装置 60 へ、それぞれ、導かれている。即ち、2 本の照射レーザーのパラメータ調整により、電子ビームの焦点近傍の位相変化量は、任意に設定可能となっている。

【0045】

上述したレーザー発生装置 40 の構成によれば、その第 1 段目の強度変調器 404-1 および位相変調器 405-1 によってバンチャー用レーザー照射装置 50 へのレーザー光の相対位相を変化させ、また、その第 2 段目の強度変調器 404-2 および位相変調器 405-2 によって位相調整用レーザー照射装置 60 へのレーザー光の強度の変化することが可能となる。即ち、上述した第 1 および第 2 のレーザー照射過程でのレーザー光の強度を調節することにより、対物レンズの後方焦点面上の焦点近傍のみの電子線の位相を、非接触に、変調することができる。換言すれば、従来 of ゼルニケ位相板と同等の効果を得ることができることとなる。その際にも、電子ビームを損失する過程は存在せず、試料を透過したビームを無駄なく使う事ができ、もって、試料の電子線被曝を最小化する事が可能となる。

【0046】

また、照射レーザーの相対位相や強度は、高速に制御することが可能な量であり、そのことにより、電子線の位相変調量も、同様に、高速に制御可能となっている。このため、位相変調量を変えながら複数の像を撮影することにより、試料を透過した電子ビームの位相と振幅の両方を短時間に取得する事も可能である。即ち、このことによれば、透過電子ビームの位相と振幅の両方を同時に計測する複素画像計測が可能となり、撮影後の画像処理によるピンボケの補正が可能となる。

10

20

30

40

50

【 0 0 4 7 】

また、位相変調量を変えながら3枚以上の像を撮影することにより、連続的な位相変調に対する各点でのコントラスト変化量の振幅の大きさを示すビジビリティと呼ばれる量の分布、即ち、ビジビリティ像を取得することも可能となる。

【 0 0 4 8 】

また、上記に詳述した位相差透過電子顕微鏡によれば、透過電子顕微鏡における対物レンズの後方焦点面上において、試料により散乱された電子線を損なうことなく、透過した電子線のみを位相変調して所要の90度の位相差を得ることが可能となることから、高いコントラスト(=試料による光量変化/背景光量)を実現することが可能となる。

【 0 0 4 9 】

< 第2の実施例 >

上述した実施例では、バンチャー用レーザー照射装置50は、電子源である電子銃31と対物レンズ36との間に、より具体的には、電子銃31に近接した集光レンズ33の焦点位置に対応して配置され、当該バンチャー用レーザーの照射による集束化は、位相調整用レーザー照射装置60の照射部において最大となる様に設定されていた。しかしながら、上記対物レンズ36にはレーザーにより速度変調を受けた電子ビームが投入され、上記対物レンズ36の色収差による影響を受け易いという課題もあった。

【 0 0 5 0 】

そこで、本発明の第2の実施例になる位相差透過電子顕微鏡では、上述した課題を解消するため、上記バンチャー用レーザー照射装置50による電子の自己集束化(バンチ化)の領域を所定の領域に規定して、速度が一定のバンチ化された電子ビームを対物レンズに投入するものであり、これを図5により説明する。

【 0 0 5 1 】

図からも明らかなように、この第2の実施例になる位相差透過電子顕微鏡では、上記図1に示した構成において、更に、電子の速度変調を元に戻すための、所謂、デバンチ化(debunching)を行う。具体的には、第2のコリメートレンズ34の下方に、更に、第2の集光レンズ33'と第3のコリメートレンズ34'を設け、バンチャー用レーザー照射装置50でバンチ化された電子ビームに対してデバンチ化のためのレーザー光を、デバンチャー用レーザー照射装置50'により、照射する。即ち、このデバンチ化のためのレーザー光の照射により、一旦、バンチャー用レーザー照射装置50により自己集束化(バンチ化)された電子ビームの速度変調を元に戻し、自己集束化(バンチ化)済の速度一定の電子ビームにする。

【 0 0 5 2 】

その後、自己集束化(バンチ化)済の電子ビームが試料を透過し、対物レンズ36の働きにより、後方焦点面には、電子線の焦点と共に試料による回折パターンとして現れる。その後、これをスクリーンや2次元検出器からなる電子検出装置38により検出して映像として形成することは上記と同様である。

【 0 0 5 3 】

なお、この場合、デバンチャー用レーザー照射装置50'も、上記バンチャー用レーザー照射装置50と同様、コリメートレンズ51'や集光レンズ52'等を備えており、レーザー発生装置40から光ファイバー41-1'を介して供給された、電子線の進行方向と平行な電場の向きに偏光されたレーザー光(図中の矢印を参照)を第2の集光レンズ33'の後方焦点に収束された電子線に照射する機能を有する。なお、その場合、上記レーザー発生装置40は、ここでは図示しないが、上記図4の構成に加え、更に、第3段目の強度変調器、位相変調器、カップラーを設け、その出力をファイバー41-1'へ結合すればよいことは、当業者であれば自明であろう。

【 0 0 5 4 】

以上、詳細に述べたように、本発明になる位相差透過電子顕微鏡装置によれば、従来の位相差電子顕微鏡法に用いる位相板の機能を、レーザー光を用いて非接触に実現する事が可能となる。このことによれば、従来の位相板では帯電防止のために必要であった高温加

10

20

30

40

50

熱（例えば、300°C）の必要もなく、そのため、当該位相板に近接して配置される試料、特に、凍結試料（例えば、-196°C）への熱的負担を解消し、広い分野での適用が可能で、操作性にも優れた電子顕微鏡装置を実現することができる。

【0055】

また、従来の位相板とは異なり、必要な電子線の位相差を、レーザー光を用いて非接触に実現する事から、位相板のような破損などもなく、半永久的に利用可能であり、更には、その位相変化量可も制御可能であることから、複素位相イメージング、およびビジビリティ・イメージングを容易に可能とする他、試料の電子線被曝を最小化することが可能となる。

【0056】

以上、本発明の実施例になる位相差透過電子顕微鏡装置について述べた。しかしながら、本発明は、上述した実施例のみに限定されるものではなく、様々な変形例が含まれる。例えば、上記した実施例は本発明を分かりやすく説明するためにシステム全体を詳細に説明したものであり、必ずしも説明した全ての構成を備えるものに限定されるものではない。また、ある実施例の構成の一部を他の実施例の構成に置き換えることが可能であり、また、ある実施例の構成に他の実施例の構成を加えることも可能である。また、各実施例の構成の一部について、他の構成の追加・削除・置換をすることが可能である。

10

【符号の説明】

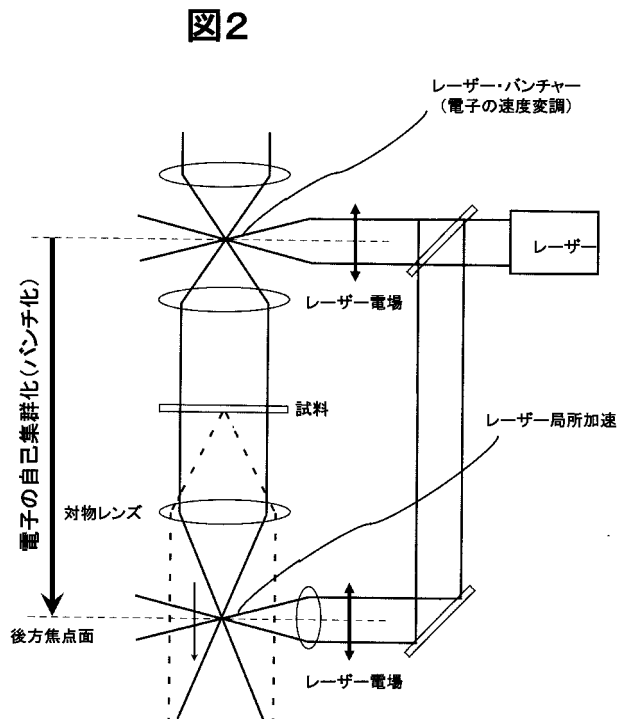
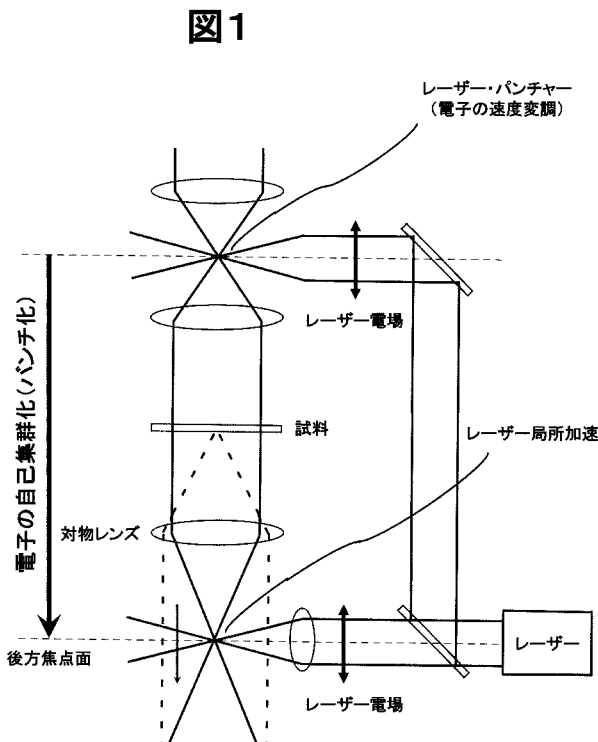
【0057】

31...電子銃、32、32'、33、33'、34...照射光学系、35...試料、36...対物レンズ、37...投影光学系、38...検出装置、40...レーザー発生装置、41-1、41-1'、41-2...光ファイバー、50...バンチャー用レーザー照射装置、50'...デバンチャー用レーザー照射装置、51、52、51'、52'、61、62...収束レーザー照射光学系、60...位相調整用レーザー照射装置。

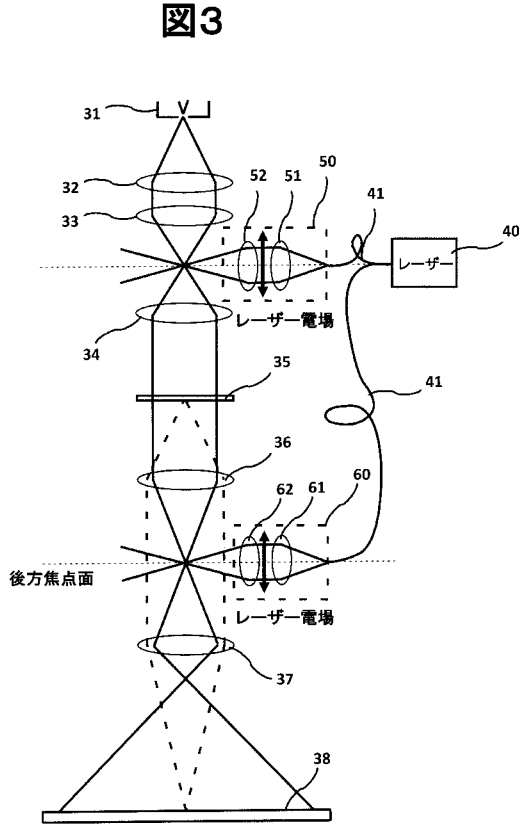
20

【図1】

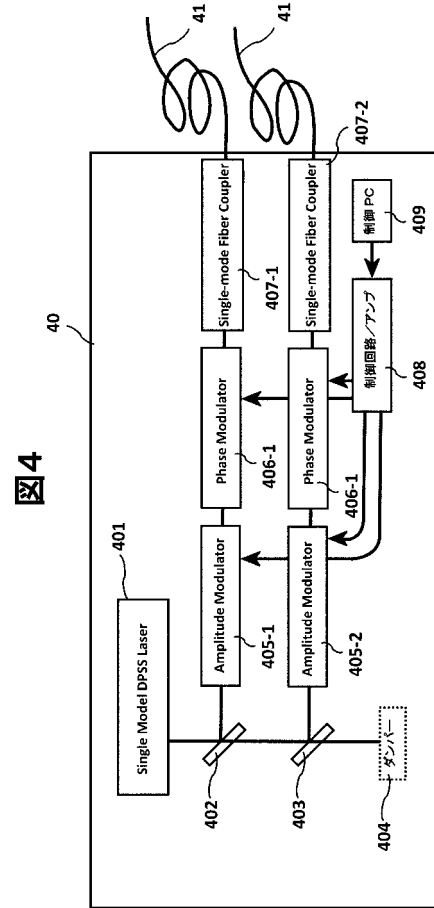
【図2】



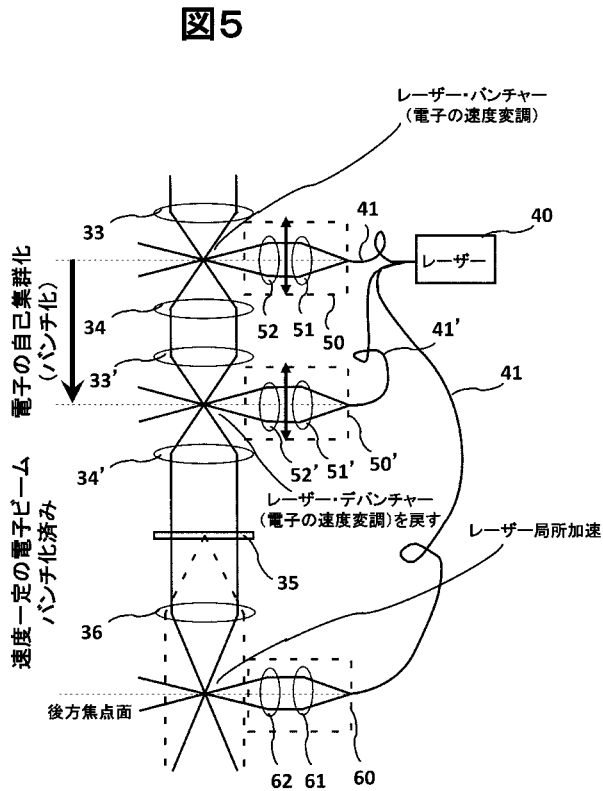
【 図 3 】



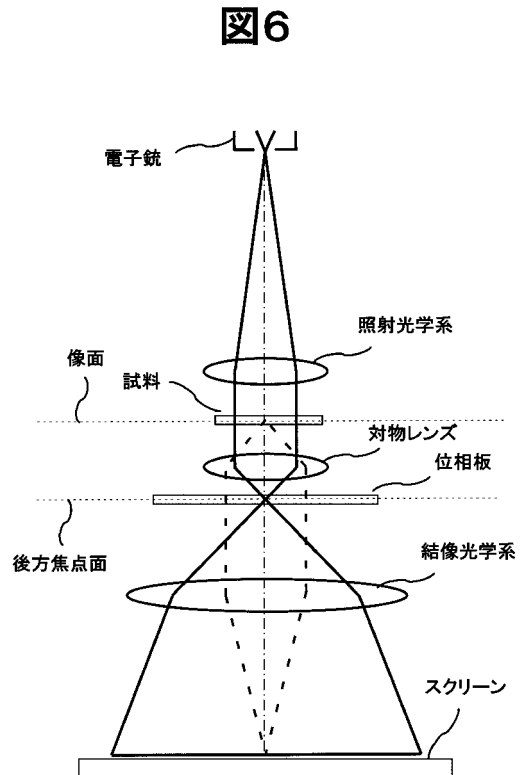
【 図 4 】



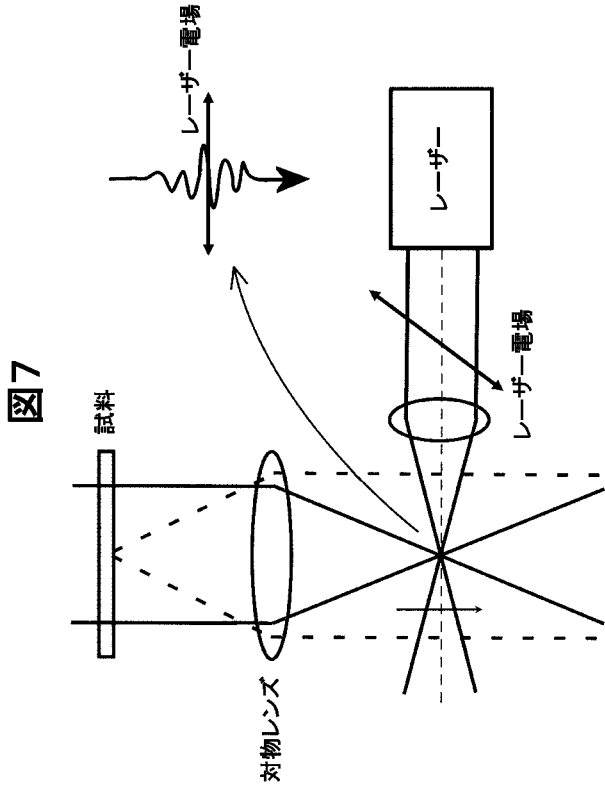
【 図 5 】



【 図 6 】



【 図 7 】



【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/JP2017/012654
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER H01J37/295(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) H01J27/00-27/26, 37/00-37/18, 37/21, 37/24-37/295 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 1996-2017 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2017 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2017 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) JSTPlus/JST7580 (JDreamIII)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	Müller; H et al., Design of an electron microscope phase plate using a focused continuous-wave laser, New Journal of Physics, 2010.07.12, vol.12, 073011	1-11
A	US 2013/0037712 A1 (GLAESER; Robert), 14 February 2013 (14.02.2013), abstract; paragraph [0028] & WO 2011/071819 A1	1-11
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> 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 10 August 2017 (10.08.17)		Date of mailing of the international search report 29 August 2017 (29.08.17)
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/012654

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 2012-505521 A (California Institute of Technology), 01 March 2012 (01.03.2012), abstract & US 2010/0108882 A1 abstract & US 2010/0108883 A1 & US 2012/0312986 A1 & US 2013/0234023 A1 & US 2014/0158883 A1 & WO 2010/042629 A2 & DE 112009002439 A	1-11

国際調査報告		国際出願番号 PCT/J P 2 0 1 7 / 0 1 2 6 5 4													
A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. H01J37/295(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 (IPC)) Int.Cl. H01J27/00-27/26, 37/00-37/18, 37/21, 37/24-37/295															
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 <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2017年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2017年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2017年</td> </tr> </table>				日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2017年	日本国実用新案登録公報	1996-2017年	日本国登録実用新案公報	1994-2017年				
日本国実用新案公報	1922-1996年														
日本国公開実用新案公報	1971-2017年														
日本国実用新案登録公報	1996-2017年														
日本国登録実用新案公報	1994-2017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) JSTPlus/JST7580 (JDreamIII)															
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	Müller; H et al., Design of an electron microscope phase plate using a focused continuous-wave laser, New Journal of Physics, 2010.07.12, vol.12, 073011	1-11													
A	US 2013/0037712 A1 (GLAESER; Robert) 2013.02.14, ABSTRACT, [0028] & WO 2011/071819 A1	1-11													
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。															
<table border="0"> <tr> <td>* 引用文献のカテゴリー</td> <td>の日の後に公表された文献</td> </tr> <tr> <td>「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</td> <td>「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</td> </tr> <tr> <td>「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</td> <td>「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</td> </tr> <tr> <td>「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)</td> <td>「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</td> </tr> <tr> <td>「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献</td> <td>「&」同一パテントファミリー文献</td> </tr> <tr> <td>「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願</td> <td></td> </tr> </table>				* 引用文献のカテゴリー	の日の後に公表された文献	「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	「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	「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	「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	「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)	「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	「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献	「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	
* 引用文献のカテゴリー	の日の後に公表された文献														
「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	「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														
「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	「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														
「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)	「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														
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献														
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願															
国際調査を完了した日 10.08.2017		国際調査報告の発送日 29.08.2017													
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 杉田 翠	2G 3811												
		電話番号 03-3581-1101 内線 3226													

国際調査報告		国際出願番号 PCT/JP2017/012654
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 2012-505521 A (カリフォルニア インスティテュート オブ テクノロジー) 2012.03.01, 要約 & US 2010/0108882 A1, ABSTRACT & US 2010/0108883 A1 & US 2012/0312986 A1 & US 2013/0234023 A1 & US 2014/0158883 A1 & WO 2010/042629 A2 & DE 112009002439 A	1-11

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(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), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), 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, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ

(出願人による申告)平成27年度、国立研究開発法人科学技術振興機構(JST) 戦略的創造研究推進事業 総括実施型(JST-ERATO) 百生量子ビーム位相イメージングプロジェクト)、産業技術力強化法第19条の適用を受ける特許出願

(注)この公表は、国際事務局(WIPO)により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願(日本語実用新案登録出願)の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項(実用新案法第48条の13第2項)により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。