

超高压電子顕微鏡用電界放出電子銃開発
に関する基礎的研究

森 田 千 明

名古屋大学図書



11513600

報告番号	乙第	6419	号
------	----	------	---

目 次

第 1 章 序論	1
1. 1 本研究の背景と目的	1
1. 2 本論文の概要	3
参考文献	5
第 2 章 電界放出電子銃の制御・監視システムの開発	7
2. 1 序	7
2. 2 制御・監視システムの遠隔操作	9
2. 2. 1 双方向光伝送方式	9
2. 2. 2 絶縁棒－ステッピングモータ方式	12
2. 3 異常検出と陰極チップ保護機能	14
2. 3. 1 真空度の検出と異常処理	14
2. 3. 2 電界放出電流の検出と異常処理	14
2. 3. 3 第1－第2陽極間放電の検出と異常処理	15
2. 4 1000 kV 耐電圧光ファイバー	16
2. 5 結言	18
参考文献	18
第 3 章 電界放出電子銃の駆動電源システムの開発	19
3. 1 序	19
3. 2 バッテリー電源と充・放電電力量	21
3. 3 充電電力伝送回路	22
3. 3. 1 フィルターコンデンサ回路	22
3. 3. 2 充電入力トランスと2段定電流回路	22
3. 4 充電電力伝送実験	25
3. 4. 1 充電電力伝送実験	25

a) 入力トランス 1 次側巻線 N_1 と最適駆動周波数 f_0	25
b) 入力トランス 2 次側回路の巻線配分	26
c) 充電電力伝送回路の入力・出力動作特性	27
3. 4. 2 2段定電流充電実験	28
3. 5 結言	30
第 4 章 電界放出電子銃の超高真空排気システムの開発	31
4. 1 序	31
4. 2 電界放出電子銃の超高真空排気系	32
4. 2. 1 イオンポンプ直接排気と差動排気システム	32
a) 電界放出電子銃の排気系構成	33
b) イオンポンプ排気特性とモジュール高圧電源	33
c) モジュール高圧電源のバッテリー駆動	35
4. 2. 2 電子銃及び加速管のガス放出低減	35
a) 電子銃室の加熱脱ガス排気	36
b) セラミック製加速管の加熱脱ガス排気	37
4. 3 コンデンサ・ネオン管回路による真圧度モニター	38
4. 4 結言	40
参考文献	40
第 5 章 電界放出電子銃のフラッシングシステムの開発	41
5. 1 序	41
5. 2 陰極チップの加熱温度と熱放出電流	43
5. 3 光伝送システムによるフラッシング	46
5. 4 結言	49
参考文献	49
第 6 章 電界放出電子銃を装備した超高圧電子顕微鏡用加速管の電子光学特性解析	51
6. 1 序	51
6. 2 電界放出電子銃の焦点、収差特性解析	56
6. 2. 1 電界放出電子銃の構成	56
6. 2. 2 電位・電界分布の解析	57
6. 2. 3 焦点特性と収差係数解析	57
6. 2. 4 電極形状、配置と収差係数	58
a) 陽極の厚さ t_1 、 t_2 への依存性	58

b) テーパ角 2α への依存性	59
6.3 加速管の焦点、収差特性解析	62
6.3.1 電極形状、配置と電位・電界分布解析	62
6.3.2 電圧印加方式と焦点、収差特性	63
a) 従来の等加速型加速管	63
b) 初段減速型加速管による球面収差低減	65
6.3.3 初段減速($V_z = 5$ kV)による超高压加速管のレンズ特性	69
6.4 超高压電子顕微鏡の輝度特性	72
6.4.1 電子光学系の輝度解析	72
6.4.2 透過型電顕機能における電子光学的輝度	74
6.4.3 走査透過型電顕機能における電子光学的輝度	76
6.5 光学条件の設定	78
6.5.1 加速管内の電子軌道	78
6.5.2 電子光学系の操作手順	78
6.6 結言	80
参考文献	83
 第7章 電界放出電子銃を装備した超高压電子顕微鏡の総合動作特性	85
7.1 序	85
7.2 総合動作特性	86
7.2.1 透過像機能	86
a) 透過像観察	86
b) 輝度特性	88
7.2.2 走査透過像機能	89
7.3 今後の課題	92
7.3.1 電子光学的課題	92
a) 電界放出照射系部	92
b) 電界放出陰極の軸調整	94
c) 照射レンズ系	94
7.3.2 その他の検討課題	94
a) 機械的振動	95
b) 浮遊電磁場変動	96
7.4 結言	97
参考文献	98

第8章 総論	99
8.1 本研究の成果	99
8.2 本研究の将来展望	106
謝辞	109
本研究に関する発表	111

第1章

序論

1.1 本研究の背景と目的

現在、電子顕微鏡は原子・分子レベルの高分解能像観察だけでなく、極微小領域の元素分析や原子結合の状態分析などができるナノ領域の複合装置として、結晶学、金属学、医学等の自然科学分野において基礎研究を進める上で不可欠なツールとなっている。

また、電子顕微鏡は動作原理によって、透過型、走査型及び走査透過型があり、ビーム加速電圧では 1 kV から 3000 kV の広範囲の電子顕微鏡が開発され、研究目的に応じて最適な電子顕微鏡が利用される。

本研究に関連する超高压電子顕微鏡の歴史は 1950 年代初期に遡り、その開発目的は高エネルギー電子の高い透過能を利用した厚い試料の高分解能観察であった。即ち、生物試料では切片作製技術の困難さ克服のため、金属試料では転位論の発展を背景にバルク材料の性質解明のため、厚い試料観察の必要性が不可欠であった。ただ、生物試料については程なく超薄試料切断装置(ミクロトーム)が開発されて、超高压電子顕微鏡の意義が薄らいだ時期もあった。しかし、1950 年代末フランスのツールーズ電子光学研究所で 1200 kV 電子顕微鏡開発に着手、1962 年に細菌、ぶどう状球菌の全載標本の直接観察及び金属試料中の転位など格子欠陥の観察例が示された [1]。これによって、超高压電子顕微鏡の高い透過力のみならず、電子線の波長に比例した高分解能観察への期待が再認識された。

我が国でも 1960 年代ツールーズ研究所の成果を契機にして、500 kV 電子顕微鏡が開発された。この超高压電子顕微鏡を用いて名古屋大学や大阪大学等を中心に材料科学分野で多くの研究成果が発表された。例えば、高分子材料観察で汎用 100 kV 電子顕微鏡に比べて照射損傷が軽減することが判明し、生物学、化学分野で超高压電子顕微鏡の必要性が確認された [2, 3, 4]。また、厚い金属試料による二次反射消滅(臨界電圧)効果の発見は、動力学的電子回折と相俟って原子散乱因子の精密な測定法を提供した [5, 6, 7]。更に、材料特性と格子欠陥の密接な関係が判明して物理学や材料工学の分野でも高い透過能の重要性が確認された [8, 9, 10, 11]。これらの研究を背景とした応用分野の拡大と共に、より高エネルギーの超高压電子顕微鏡への期待も増大した。

1973年には名古屋大学に商用初の1000 kV電子顕微鏡(日立 HU-1000D)が設置され、その後、国内あるいは欧州、米国などへ普及する過程で装置性能も順次向上し、その特徴を活かした科学分野の研究が新しい段階へ発展した。とくに、材料科学における点欠陥や転位など結晶格子欠陥の研究分野で不可欠な装置となった。例えば、広いレンズ空間を利用した「その場観察」があり、顕微鏡観察中に金属試料を塑性変形させて発生する転位像を動的観察することで結晶塑性が解明された[12, 13]。また、電子線照射実験では従来の加速器に比べて、ビーム電流の安定性、高い照射密度、小さな照射面積及び試料温度の制御性等から、原子炉材料の放射線損傷や金属材料の照射脆化、体積膨張(スエリング)などの基本的性質が解明され[14, 15, 16]、更に強い照射効果を利用して材料特性改質の試みがなされた[17]。一方、医学、生物学分野でも、ミクロトームによる薄い(約0.1 μ)連続切片観察の外に、厚い(約3～5 μ)試料観察の重要性が明らかになり、例えは微細な細胞構造の立体観察などに不可欠な研究装置として確立された[18, 19]。

電子顕微鏡は原子レベルの高分解能観察装置であり、超高压電子顕微鏡には分解能向上の面からも大きな期待が持たれる。理論的な分解能(δ)は、対物レンズの色収差が無視できる場合、球面収差と電子波の回折収差により決まり、 $\delta = 0.65 \text{ Cs}^{1/4} \lambda^{3/4}$ (Cs: 球面収差係数、 λ : 電子線波長)で与えられる。即ち、Csを小さくするより、加速電圧を高くしてλを小さくする方が効果的であることがその理由である。1990年代前半、超高压電子顕微鏡の機械的及び電気的周辺技術の蓄積に基づいて本格的な1300 kV高分解能電子顕微鏡が開発された。この装置により高温超伝導材料で重要な役割を果たす酸素原子位置が解像された[20, 21]。

本論文は1983年、本学に導入された最高加速電圧1250 kV走査透過型超高压電子顕微鏡(日立 H-1250ST)への電界放出電子銃搭載に関する研究である。この装置は通常の透過像観察以外に1000 kV級の電子線スポットを用いる走査機能も兼備している。透過像は電子レンズの光学収差により結像に寄与する信号が制限されるが、走査透過像では電子レンズを用いないので広角度の信号も利用できる。このため検出感度が高く、入射電子線による試料の照射損傷を軽減した高分解能像観察ができる。同時に、極微スポットを用いたナノメータ領域の元素分析や結合状態分析を行う電子エネルギー損失分光も可能である[22, 23, 24]。

電子銃は電子顕微鏡の像観察及び分析機能と関連して重要な要素である。高倍率観察時の十分な明るさとコントラストを得るために、また極微小スポットに絞っても十分なプローブ電流を得るために、高輝度な電子銃が必要となる。現在、電子顕微鏡用の電子銃は電子放出機構により、熱電子放出電子銃、熱電界(ショットキー)放出電子銃及び電界放出電子銃がある。通常使用されるLaB₆陰極の熱放出電子銃と比較して、針状W陰極の電界放出電子銃は光源の輝度が約3桁高く、放出電子のエネルギー幅が小さいという特長がある。このため、電界放出電子銃の搭載により、超高压電子顕微鏡本来の特長に加えて、

- 1) ビームエネルギー幅による色収差の小さい、高分解能透過像観察
- 2) プローブ電流の増加による、S/N比の高い走査透過像観察
- 3) 高い空間分解能での元素分析及び元素マッピング
- 4) 高干渉性を利用した電子線ホログラフィ

などの性能向上による応用研究へ一層の展開が期待できる。

電界放出電子銃の走査透過型電子顕微鏡への搭載計画は、1973年頃から A. V. Crewe らによる 1000 kV、1980 年頃から B. Jouffrey らによる 1600 kV 装置があった。しかし、いずれの開発計画も電界放出電子銃の動作に必要な超高真空達成や多段加速管への安定な加速電圧印加に失敗して、装置の完成をみることなく中止された [25, 26]。

本研究は上述の最高加速電圧 1250 kV 超高圧電子顕微鏡(H-1250ST)開発の一環として、通常の LaB₆ 熱放出電子銃との互換性を考慮して、電界放出電子銃搭載を目的として日立製作所や古河電気工業の協力を得て進めた試作開発である。超高圧電子顕微鏡固有の技術課題を解決して、1998 年には加速電圧 1000 kV で透過像及び走査透過像の高分解能観察が可能な段階に到達した。

また、本学で開発、蓄積した重要技術をベースに更に発展させて、2000 年科学技術振興事業団の戦略基礎研究推進事業で電界放出電子銃を搭載した 1000 kV 電子波干渉型電子顕微鏡が開発された [27, 28]。

1.2 本論文の概要

超高圧電子顕微鏡において電界放出電子銃は加速電圧 1000 kV 級の高電位空間となる高さ約 1.4 m の多段加速管頂部に搭載され、アース側との放電防止のため絶縁ガス SF₆ (圧力 4 気圧)の高圧タンク内に収められる。電子銃の安定動作に必要な超高真空排気方法をはじめ、アース側から電子銃部の制御・監視方法及び電子回路の駆動電源開発など装置構成に関する技術課題、陰極のクリーニング法、放出電流や真空中度の計測法など電界放出動作に関する技術課題及び電界放出陰極の高輝度を維持するための電子銃と多段加速管に関する電子光学的な技術課題などへの対応を図った。以下に試作開発した基本的な設計概念と対応策について、本論文の各章概要を示す。

第 2 章では、高電位空間に設置された電子銃及び電子回路を鏡体アース側から制御、監視する遠隔操作手段として、光ファイバーによる時分割多重双方向伝送方式と絶縁棒とステッピングモータを組み合わせた機械的方式について述べる。また、光双方向伝送を実現した 1000 kV 耐電圧のファイバー開発や電界放出陰極の放電破壊防止のセーフティ機能について述べる。

第 3 章では、電子顕微鏡の 10 時間稼動を前提とする電子銃部の電子回路の消費電力から駆動用バッテリーの電源容量決定について述べる。また、既存のフィルターコンデンサ回路の許容電流を考慮して、従来に比べて約 1 枠大きい充電電力の伝送方式を述べる。

第 4 章では、電子銃の安定動作に必要な超高真空(10^{-8} Pa 台前半)を達成するため、高

電位空間に設置したイオンポンプによる電子銃部の直接排気及び多段加速管上部での差動排気構成について述べる。また、多段加速管も同様な加熱脱ガスを可能にするため、加速電極をメタライズ接合で一体化したセラミック加速管を新しく開発した。加熱脱ガスの真空排気期間に用いる簡易な真空モニター方式についても述べる。

第5章では、電界放出陰極は吸着ガスや微小な突起物のない清浄な陰極表面を維持、再生するために、電界放出動作直前や長時間動作後は加熱クリーニングが必要である。通常、陰極チップを短時間(約0.5sec)に高温加熱(約2000K)するフラッシング処理を行うが、過度の加熱はチップ半径の鈍化による陰極寿命を短くする。このため、フラッシング条件の最適化が必要であり、実装状態で正確な加熱電力と加熱時間を可変調整できるフラッシングシステム開発について述べる。

第6章では、電界放出電子銃を超高压電子顕微鏡へ搭載するための最適な電子光学系条件と稼動条件について述べる。電界放出電子銃の光源径は従来熱電子銃の1/1000程度と微小であり、電子銃及び多段加速管の光学収差により輝度低下を生じ易いため光学的検討は極めて重要である。また、加速管頂部から遠距離の検鏡試料上で、広範囲な加速電圧変化に対応し、いつも高輝度なビーム照射条件を維持することも必要である。

このため、電界放出電子銃と多段加速管の電子光学特性を数値解析して、電子銃部の静電レンズ収差について電極形状、電極配置への依存性を検討した。また、加速管各段に分布したレンズ作用の光学収差が電子銃輝度を低下させる要因であることを見出して、各段電極間に等電圧を印加する従来の等加速電圧配分に代えて、加速管の初段で減速電界を形成する初段減速電圧配分を考案した。

また、電子銃の電界放出動作や加速電圧の変化に応じた最適な照射条件を形成するためには、加速管上部に光源結像位置を調整する磁界レンズの導入が不可欠であることを見出した。これら解決策による電子銃、磁界レンズ及び初段減速電圧の加速管で構成された電子光学系について、透過像観察条件と走査透過像観察条件のそれぞれで総合特性を述べる。

さらに、加速管の高圧放電を回避するため、電子線が多段加速管電極に入射しないで動作条件を形成する操作手順についても述べる。

第7章では、電界放出電子銃を装備した超高压電子顕微鏡の総合動作特性として、透過像、走査透過像観察及び輝度測定について述べる。また、現有装置の総合実験で判明した問題を含めて、電子光学系の改善点及び電磁場変動や機械的振動等の外部擾乱に関わる技術的課題について述べる。

第8章では、本論文の総括と電界放出電子銃による超高压電子顕微鏡の今後の展望について述べる。

参考文献

- [1] Dupouy G and Perrier F: *J. Microscopie*, **1**, 167(1962) ; **3**, 233(1964)
- [2] Kobayashi K, Hashimoto H, Suito E, Shimadzu S and Iwanaga M: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **2**, 47(1963)
- [3] Kobayashi K and Sakaoku K: *Lav. Invest.*, **14**, 359(1965)
- [4] Kobayashi K and Ohara M: *Proc. 6th Int. Cong. on Electron Microscopy, Kyoto*, **1**, 579(1966)
- [5] Nagata F and Fukuhara A: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **6**, 1233(1967)
- [6] Watanabe D, Uyeda R and Kogiso M: *Acta Cryst.*, **A24**, 249(1968)
- [7] 渡辺伝治郎、福原 明: 日本結晶学会誌, **10**, 255(1968)
- [8] Fujita H, Kawasaki Y, Furubayashi E, Kajiwara S and Taoka K: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **6**, 214(1967)
- [9] Uyeda R and Nonoyama M: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **6**, 557(1967) ; **7**, 200(1968)
- [10] Imura T: *J. Electron Microsc.*, **19**, 232(1970)
- [11] Fujita H and Tabata T: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **12**, 47(1973)
- [12] Saka H, Noda K and Imura T: *Trans. Iron Steel Inst. Japan*, **13**, 319(1973)
- [13] Imura T: *High Voltage Electron Microscopy*, (Academic Press, London)
(1974), p186
- [14] Kiritani M, Yoshida N, Takata H and Maehara Y: *J. Phys. Soc. Japan*, **38**, 1677(1975)
- [15] Kiritani M and Takata H: *J. Nucl. Mater.*, **69 & 70**, 277(1978)
- [16] Hishinuma A, Katano Y, Fukaya K and Shiraishi K: *J. Nucl. Mater.*, **55**, 227(1975)
- [17] Yasuda H, Koyama H, Mori H, Fujita H, Noda, M and Kamigaito O:
J. Ceram. Soc. Jpn. Int. Ed., **98**, 224(1990)
- [18] Glauert A M: *J. Cell Biol.*, **63**, 718(1974)
- [19] Hama K and Nagata F: *J. Electron Microsc.*, **19**, 170(1970)
- [20] Matsui Y, Horiuchi S, Bando Y, Kitami Y, Yokoyama M and Suehara S:
Ultramicroscopy, **39**, 8(1991)

- [21] Philipp F, Höschen R, Osaki M, Möbus and Rürli: *Ultramicroscopy*, **56**, 1 (1994)
- [22] Maruse S and Hibino M: *Proc. 11th Int. Cong. on Electron Microscopy, Kyoto*, **2**, 901 (1986)
- [23] Imura T: *Proc. 11th Int. Cong. on Electron Microscopy, Kyoto*, **2**, 1031 (1986)
- [24] Hibino M, Shimoyama H and Maruse S: *J. Electron Microscopy Technique*, **12**, 296 (1989)
- [25] Crewe A V and Zeitler E: *Proc. 3rd HVEM Conf., Oxford*, 140 (1973)
- [26] Pinna H, Liang K, Denizart M and Jouffrey B: *Revue Phys. Appl.*, **18**, 659 (1983)
- [27] Kawasaki T, Matsui I, Yoshida T, Katsuta T, Hayashi S, Onai T, Furutsu T, Myochin K, Numata H, Gorai M, Akashi T, Kamimura O, Matsuda T, Osakabe N, Tonomura A and Kitazawa K: *J. Electron Microscopy*, **46**, 712 (2000)
- [28] Tonomura A, Kasai H, Kamimura O, Matsuda T, Harada K, Nakayama Y, Shimoyama J, Kishio K, Hanaguri T, Kitazawa K, Sasae M and Okayasu S: *nature*, **412**, 620 (2001)

第2章

電界放出電子銃の制御・監視システムの開発

2.1 序

本研究で用いる電界放出電子銃は、針状先端を持つ陰極チップと対向する第1陽極間の高電界により陰極から電子を電界放出させ、第2陽極を加えた静電レンズ作用で効率よく集束して電子源とする3電極構造を持つ。超高压電子顕微鏡に適用する場合、電界放出電子銃は絶縁ガス(SF₆)の充填された高圧タンクに収められ、加速電圧(1000 kV)の高電位となる高さ約1.4 mの加速管頂部に搭載される。このため、電子顕微鏡の動作モード(透過像、走査透過像)に合わせた電子ビームの形成には電子銃と加速管の中間部に磁界レンズ、偏向器及び非点収差補正器を配置した電子光学系が必要となる。

また、電界放出電子銃に関わる電子光学系及び真空排気系の全ての電源や回路は高電位空間に配置されるため、バッテリー駆動が必要となる。陰極チップと第1陽極は電子銃内部で第2陽極から絶縁されており、上記の電源や回路は電位的に第1陽極電位と第2陽極電位に区分される。異なる電位間の放電を回避するため、電子銃部の電源や回路は実装上、2階建構造として各電位の離隔板上に配置される。

超高压電子顕微鏡への搭載には、電界放出電子銃を鏡体アース側から動作制御や状態監視する手段、及び異常事態を検出して陰極チップの放電破壊を防止する手段を持つ制御・監視システムの開発が不可欠である。このシステムに要求される基本機能は、

- 1) 各種回路電源の on/off 操作
- 2) 電界放出動作の制御・監視
- 3) 電子レンズ条件の制御・監視
- 4) 異常検出と陰極チップ保護機能
- 5) 駆動用バッテリー電源の電圧監視と回復充電操作

などであり、これらの機能は時間的な応答性により大別できる。例えば、真空排気系のイオンポンプ電源の on/off などは高速の応答性は不要である。一方、オペレータが介入するレンズ条件の設定やビーム調整は操作性を考慮した高速性が要求される。また、異常事態の検出と陰極チップの保護機能などは、高信頼性と可能な限りの高速性が必須となる。

この応答性を考慮して、図 2.1 に示すような機械的と電気的な遠隔操作方式を組み合わせた電界放出電子銃の制御・監視システムを構築した。機械的方式としては、絶縁棒を介したイオンポンプ電源の on/off 操作及びステッピングモータと絶縁棒を介したポテンショメータによる静電レンズや磁界レンズの出力制御である。電気的方式としては、光ファイバーを用いた双方向伝送 [1, 2] による、偏向器、非点収差補正器の出力制御及び真空度、電界放出電流、陽極間放電等の監視機能である。また、これら状態監視から異常発生を検知して、陰極チップの保護機能への対応を図った。

本章では、超高圧電子顕微鏡用として開発した電界放出電子銃の制御・監視システムの双方向時分割光伝送方式と絶縁棒ーステッピングモータ方式について概要を述べる。また、光伝送方式による異常事態の検出方法と陰極チップの保護機能に関する実例を示す。更に、市販光ファイバーの絶縁性劣化の問題を解決するため、新規に開発した長寿命、高安定な超高圧電子顕微鏡用の 1000 kV 耐電圧光ファイバーについても述べる。

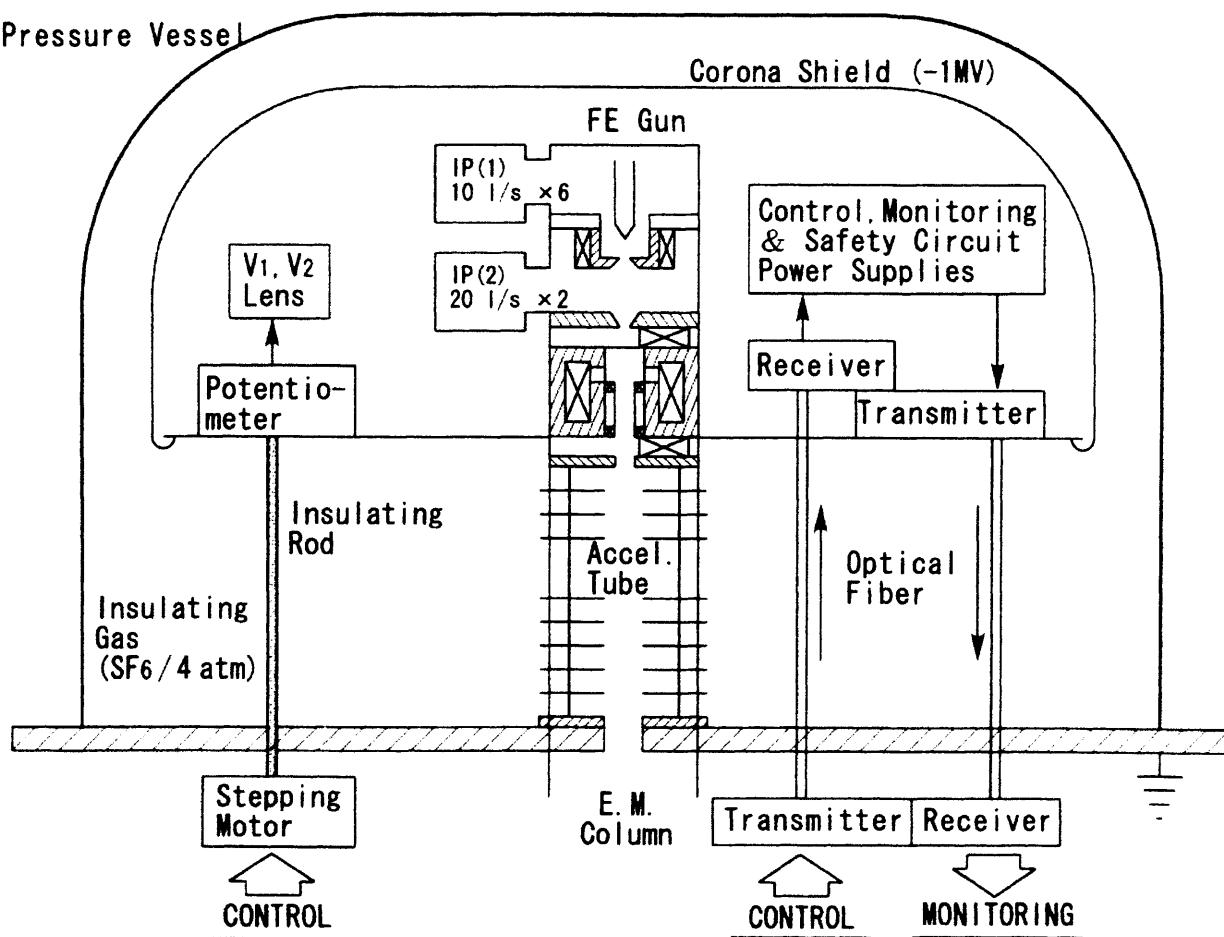


図 2.1：電界放出電子銃の制御・監視システムの基本構成

2.2 制御・監視システムの遠隔操作

2.2.1 双方向光伝送方式

前述のように、超高圧電子顕微鏡の電界放出電子銃は第1、第2陽極電位の2つの基準電位を持つことから、電子銃部の各種電源・回路を第2陽極電位の1st floorと第1陽極電位の2nd floorの2階建構造として分離配置した。図2.2は電子銃部の電源・回路の詳細なブロック構成であり、1st floorを一重枠、2nd floorを二重枠で区分して示す。

光伝送システムは各floorと鏡体アース側とに設置した送信器(Transmitter)、受信器(Receiver)間を結ぶ5本の高耐電圧光ファイバーで構成される。即ち、鏡体アース側と各floor間の制御・監視用の4系統と、1st floorの異常信号で直接に2nd floorの電子銃動作を停止する陰極チップ保護機能用の1系統である。これら光ファイバーを通して制御・監視信号及び異常信号を双方向に伝送することで電界放出電子銃は鏡体アース側から遠隔操作される。

信号伝送は多数の制御・監視項目に対応するため時分割多重伝送方式を採用した。この方式は1フレームを多重チャンネルに分割し、送信側から各チャンネル情報を時系列で周同期的なフレームに載せて送信する。受信側ではフレーム毎に同期をとり、順番に各チャンネル情報を配分する。

図2.3a)は1st floor(第2陽極電位)と鏡体アース間、同図b)は2nd floor(第1陽極電位)と鏡体アース間のそれぞれ1フレームの制御・監視項目である。フレームはアナログ信号用の複数チャンネルとディジタル信号用1チャンネルに加えて、フレーム同期パルス用1チャンネルから構成される。即ち、1st floorでは8チャンネル、2nd floorでは7チャンネルからなる。また、真空度、電界放出電流及び陽極間微小放電などアナログ信号は異常監視にも利用されるので、高い計測精度を得るために1チャンネルを16bitで符号化した。この16bit DACの伝送時間は1チャンネル当たり192ns($= 12\text{ ns/bit} \times 16\text{ bit}$)でありフレーム伝送周期は1st floorと鏡体アース間で1.54ms及び2nd floorと鏡体アース間で1.34msである。

光伝送方式の動作を図2.3a)のフレーム信号を例として説明する。まず、チャンネル1から6は1st floorに設置されたビーム調整用の偏向器(Deflector)と非点収差補正器(Stigmator)を駆動する定電流源(HX、HY、TX、TY; SX、SY)に対する出力制御用のアナログ信号である。これらアナログ信号は、鏡体アース側のパルス発生回路を用いて出力電流値に対応するパルスをElectric/Optical(E/O)変換して、鏡体側送信器(TG1)から1st floor側受信器(R1)へ光伝送する。この光信号を逆にO/E変換したパルス数をD/A変換することで定電流源の出力が制御される。一方、鏡体アース側では送信パルス数をD/A変換し、出力電流値に数値化して表示する。次に、チャンネル7はディジタル制御信号で各ビットのhigh/lowを図示内容に対応して送信し、それに従って高圧側でモード選択、電流源(CPS)のon/off及び真空レンジ切り換えが行われる。最後のチャンネル8は上述のフレーム同期信号である。同様に、電子銃が動作する高圧側からも状態監視のアナログ信号と異常検出のディジタル信号が鏡体アース側に送信される。これらを次節で詳述する。

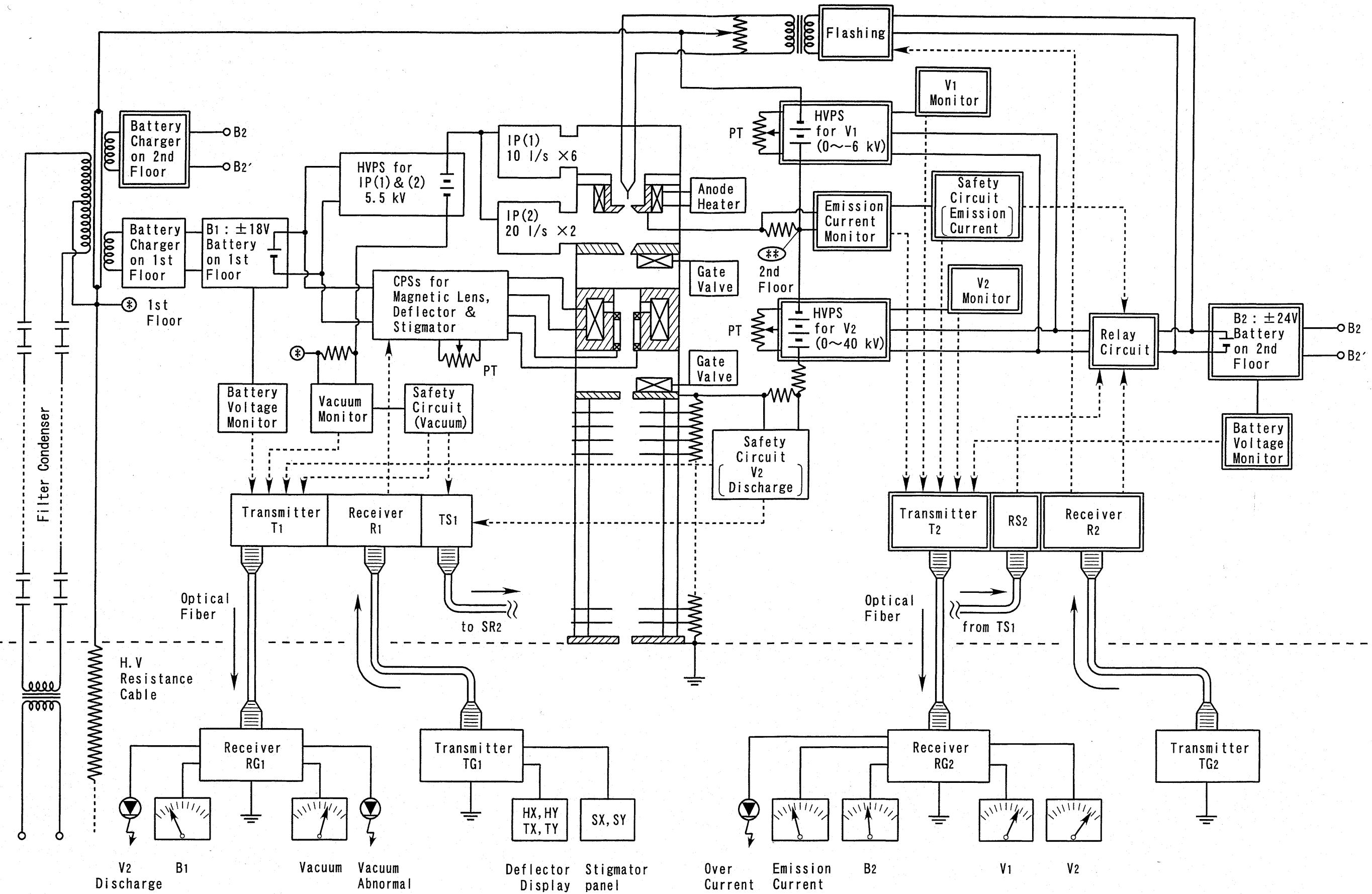


図 2.2：電子銃部のブロック構成

1st floor(第2陽極電位)を一重枠、2nd floor(第1陽極電位)を二重枠で示す。

First Floor on the High Potential of 1 MV				
Channel	Signal	Receiver (R1)		Transmitter (T1)
1	Analog	Deflector HX		Vacuum Monitor
2		HY		±18V Battery Voltage Monitor
3		TX		
4		TY		
5		Stigmator SX		
6		SY		
7	Digital	Mode Selection Standby Flashing Normal Operation CPS on/off Magnetic Lens Stigmator Deflector Vacuum Range Selection		Vacuum Abnormal, V2 Discharge
8		Synchronizing Code		Synchronizing Code
		Transmitter (TG1)		Receiver (RG1)
		Ground Level		

図 2.3 a) : 1st floor(第2陽極電位)と鏡体アース側間の信号

Second Floor on the High Potential of 1MV				
Channel	Signal	Receiver (R2)		Transmitter (T2)
1	Analog			Emission Current Monitor
2				±24V Battery Voltage Monitor
3				V1 Monitor
4				V2 Monitor
5				
6	Digital	Mode Selection Standby Flashing Normal Operation HVPS on/off V1, V2		Emission Abnormal
7		Synchronizing Code		Synchronizing Code
		Transmitter (TG2)		Receiver (RG2)
		Ground Level		

図 2.3 b) : 2nd floor(第1陽極電位)と鏡体アース側間の信号

2.2.2 絶縁棒－ステッピングモータ方式

電子銃部の電子レンズ系は顕微鏡の動作モード(透過像、走査透過像)によって設定条件がほぼ固定されるので、出力制御は高速応答性を必要としない。このため、静電レンズの高圧電源(HVPS)と磁界レンズの定電流源(CPS)の出力制御は、図2.1に示すようなポテンショメータに絶縁棒を直結し、絶縁棒を鏡体アース電位側にあるステッピングモータでパルス制御する方式を用いた。以下に、この方式による制御・監視の動作例を示す。

静電レンズ(2nd floor)のV₁電源(-6 kV)とV₂電源(+40 kV)は、DC 24V バッテリー駆動のモジュール高圧電源で構成されている。制御パルス数をステッピングモータの回転角に変換し、これを絶縁棒を介してポテンショメータによって出力電圧を設定する。即ち、鏡体アース側のパルス数に比例して高圧電源の出力電圧を制御する。一方、出力電圧の図2.3 b) の光伝送システムによって、高圧電源の出力モニター端子のアナログ信号を光信号に変えて送信器(T₂)から受信器(RG₂)に送り、アース側で再び電気信号に変換してメータ表示する。

また、磁界レンズ(2nd floor)の定電流源も同様なパルス制御で出力調整される。この定電流源は出力モニター端子を持たないため、鏡体アース側のステッピングモータ下部に読み取り専用ポテンショメータを設けて、その電圧変化をメータ表示する構成とした。

図2.4に電子銃高電圧部の2階建構造の離隔板上に配置した電源や回路と、図2.5に高圧タンクベース板上(GND)に実装した各種電源の出力制御用絶縁棒及び2.4節で詳述する1000 kV耐電圧光ファイバー等の外観を示す。

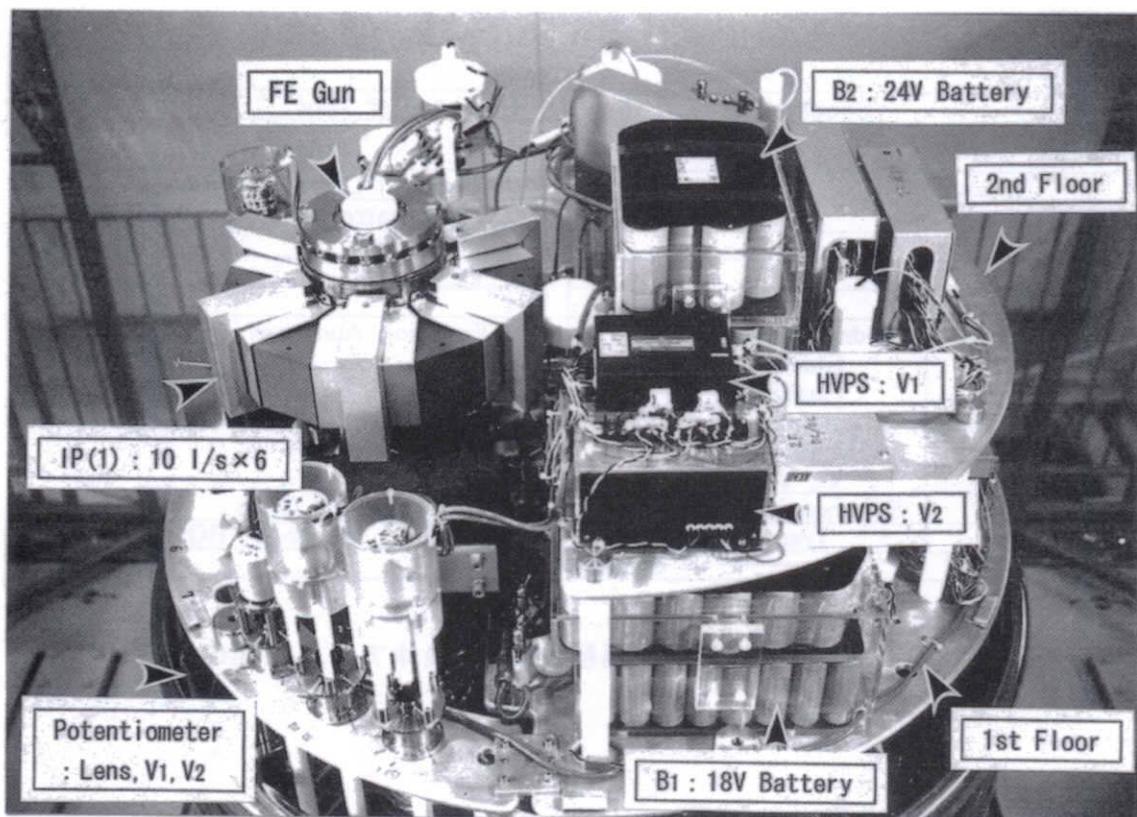


図2.4：離隔板上に配置した回路、電源等の外観

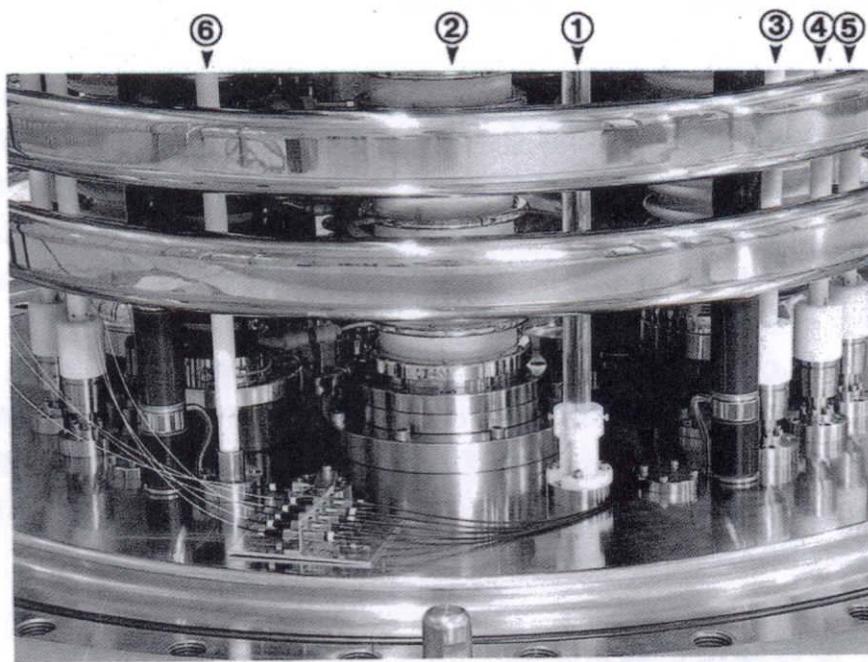


図 2.5 : 高圧タンクベース板上の外観

① 1000 kV 耐電圧光ファイバー、② 加速管、③ 磁界レンズ用定電流源出力の制御用絶縁棒、④ 第1陽極用高圧電源出力の制御用絶縁棒、⑤ 第2陽極用高圧電源出力の制御用絶縁棒、⑥ イオンポンプ用高圧電源の on/off 用絶縁棒

2.3 異常検出と陰極チップ保護機能

電界放出電子銃の稼働中には陰極チップ先端に高電界が印加されているため、動作条件の異常が深刻な放電破壊の端緒となる場合が多い。その復旧には電子銃の超高真空排気だけでなく、特に超高压電子顕微鏡では構造的な複雑さから多大な作業日数を要する。この放電破壊の原因には、電子銃室真空度の異常低下、電界放出電流の異常増大及び静電レンズ電極間の微小放電などが考えられる。これら異常発生を直ちに検出して、陰極チップを保護する機能を確立することは重要な技術課題である。

異常事態は電子銃部の関連する 1st floor と 2nd floor の両方で監視され、一方静電レンズの高圧電源(V_1 、 V_2)は 2nd floor で on/off 制御される(図 2.2)。このため、光伝送システムに 1st floor から 2nd floor に直接信号伝送する系統(TS_1 、 RS_2)を設けて、異常信号の検出によってリレー回路で直ちに高圧電源を遮断する構成とした。以下、電子銃部の状態監視と異常検出について述べる。

2.3.1 真空度の検出と異常処理

陰極チップから安定な電界放出電流を得るために電子銃室は総排気速度 100 l/sec のイオンポンプで排気されて、到達真空度 10^{-8} Pa 台を実現している(第4章参照)。真空度はイオンポンプ電流と比例関係があり、1st floor のポンプ高圧回路に挿入した検出抵抗を流れるイオンポンプ電流で測定できる。この検出電圧を A/D、E/O 変換して送信器(T_1)から受信器(RG_1)へ光伝送し、鏡体アース側で逆に 0/E、D/A 変換して真空度としてメータ表示する。真空度の異常劣化はイオンポンプ電流の増大として検出されるので、フレーム伝送周期 1.54 ms 毎にコンパレータ回路を用いて正常な設定値(真空度 $\geq 8 \times 10^{-7} \text{ Pa}$)と比較して異常発生を監視する。

異常検出時にはコンパレータ回路のデジタル信号が 1st floor の送信器(TS_1)から、2nd floor の受信器(RS_2)と鏡体アース側の受信器(RG_1)へ同時に光伝送される。受信器(RS_2)の光信号は 0/E 変換されて、リレー回路によって電界放出電子銃の静電レンズ高圧電源を遮断して陰極チップを保護する。また、受信器(RG_1)への光信号は同様に 0/E 変換されて、鏡体アース側で真空度異常を表示する発光ダイオード(LED)を点灯する。

2.3.2 電界放出電流の検出と異常処理

陰極チップは長時間動作中にイオン衝撃などを受け、その表面に微小突起物が形成される。その部分への電界集中は放出電流に不安定なスパイクノイズを発生し、遂には放電破壊を起こす場合がある。電界放出電流は陰極チップに高電界を印加する第1陽極(V_1)回路検出抵抗で測定する。この検出電圧を送信器(T_2)—受信器(RG_2)を介して鏡体アース側で放出電流値としてメータ表示する。

電界放出電流の異常増大はフレーム伝送周期 1.34 ms 毎に前述と同様のコンパレータ回路を用いて設定値(放出電流 $\geq 90 \mu\text{A}$)と比較して監視を行う。コンパレータ回路と静電レンズ高圧電源は同じ 2nd floor にあり、異常処理はコンパレータのデジタル出力で、高圧電源を直接遮断する。また、放出電流の異常発生は、 T_2 — RG_2 を介して鏡体アース側

で LED 表示される。

2.3.3 第1－第2陽極間放電の検出と異常処理

静電レンズを形成する第1－第2陽極間の微小放電も陰極チップの放電損傷に繋がり易い。この放電電流は第2陽極回路(2nd floor)とそのアース電位(1st floor)間の検出抵抗で測定され、1st floor のコンパレータ回路(設定値 $\geq 3 \mu A$)によって放電監視をフレーム伝送周期 1.54 ms 毎に行う。この異常処理は、真空異常と同様に、TS₁－RS₂ を介して電界放出電子銃の静電レンズ高圧電源(V₁、V₂)を直接遮断するとともに、T₁－RS₂ を介して鏡体アース側で異常発生を LED 表示する。

図 2.6 は電界放出電子銃の動作中に偶然発生した第1－第2陽極間の微小放電に対応して陰極チップの保護機能が動作した例である。上段は電子銃室の真空度、下段は電界放出電流の経時変化であり、時間軸は右から左である。微小放電の発生により、真空度が変化すると同時に電子銃の V₁、V₂ 電源が切れて放出電流が零になっている。この状態から真空レベルの回復を待ち、約 4 分後に再び電界放出電圧(又は高圧) V₁ を印加したところ程度の放出電流が得られて陰極チップの保護が確認された。

開発実験の途中段階では、これら異常の突発により陰極チップが再三破壊される。しかし、保護機能を装備・調整後、陰極チップの放電損傷は一度もなく、所期の目的が達成されている。

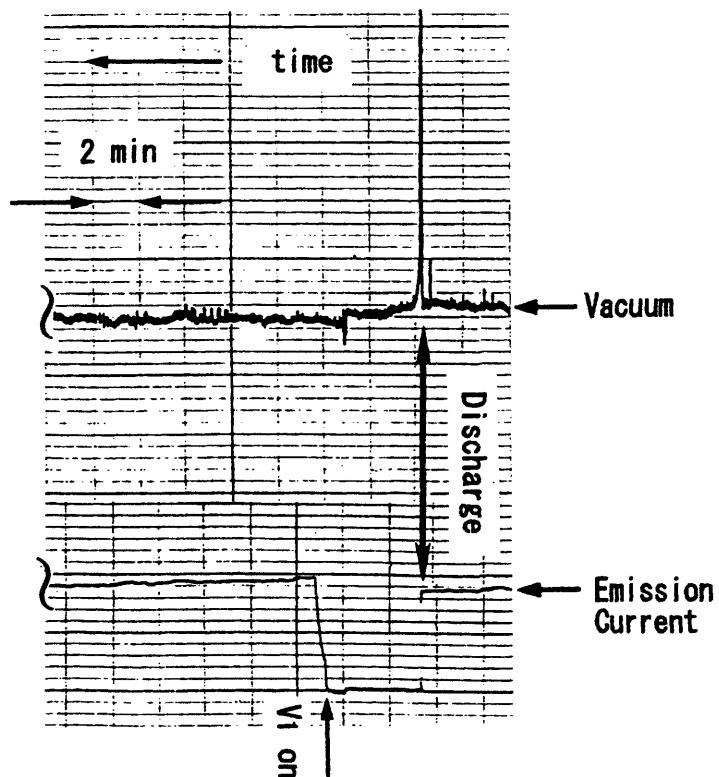


図 2.6：異常検出による保護機能の動作例

2.4. 1000 kV 耐電圧光ファイバー

開発当初、光伝送システムはガラス繊維強化プラスチック(FRP)で外装した外径 約1mmの光ファイバーを用いた。この“FRPコート光ファイバー”の1000 kV耐電圧性能は使用開始時点では必要な高圧安定度($\leq 2 \times 10^{-6}/\text{min}$)が得られるが、数十～数百時間の高電圧印加によって安定度が $1 \times 10^{-5}/\text{min}$ 程度に劣化する問題が頻発した。また、最短では数十時間で光ファイバー自体の絶縁破壊に至ることもあった。

この絶縁不良の要因として、まず細い(外径 約1mm)絶縁物である光ファイバー表面の強電界が推察される。この電界で埃や汚れが付着すると局所的な電界強度がより強くなる。また、ガラス繊維層は曲げなどの外力で空隙が生じ易いため、空隙周辺の絶縁ガスが破壊されてイオンを発生する。これらによりFRP素材の絶縁耐電圧が劣化する。また、絶縁ガスSF₆中に微量の分解成分ガス(SF₄)と水分が共存する場合、加水分解でイオウ化合物(SO₂、SOF₂など)やフッ酸(HF)などが生成されて、ガラスの主成分(SiO₂)が侵食される可能性も考えられる。

これらの対応策として、

- 絶縁物の外径を大きくし、曲げなど外力による空隙の形成を抑えると同時に、埃や汚れによる電界強度の緩和を図る。
- 分解ガスへの耐浸食性に優れたポリイミド樹脂とアクリル樹脂を絶縁材料に用いる。を考慮して、ポリイミド樹脂被覆した素線光ファイバーを太い外径のアクリル樹脂中心に空隙を生じないように重合接着で包埋する構造を持つ、1000 kV耐電圧の超高圧電子顕微鏡用光ファイバーを試作した。

図2.7に新規開発した光ファイバーの概略構造を示す。この光ファイバーは、①2枚の透明アクリル板(寸法 15×30×1400 mm)の一方をU字溝(寸法 直径 6 mm×深さ 4 mm)加工する。②U字溝内に“ポリイミド素線光ファイバー”を入れて重合接着する。③アクリル板2枚も同様に接着した後、外径 35 mm の円柱状に仕上げ加工して製作される。アクリル樹脂の重合接着材は、アクリル樹脂の主成分であるメタクリル酸メチルに過酸化ベンゾイル等を重合促進剤として添加したものである。完全な重合接着により接着部分は母材と同じ材質となり、接着部分がほとんど確認できない程度に透明に接着することができる。

また、アクリル樹脂材はクレージング(表面の細い線状のヒビ)やクラックが発生しないような取扱いが重要である。即ち、加工時の外力あるいは熱歪みによって、アクリル樹脂材の分子がランダムな状態から応力方向に配向帯を形成して、内部にボイドを発生する性質がある。そこで、上述の①、②、③の各工程で熱歪みを除去するため、加熱温度70～80 °C、加熱時間1～4時間程度の熱処理が不可欠である。この製作方法と構造について特許出願(特願2000-028512)した。

この1000 kV耐電圧光ファイバーは、絶縁ガス SF₆中で加速電圧の安定度に支障を及ぼすことがなく、長期間(10年以上)極めて安定した絶縁耐電圧を得ている。

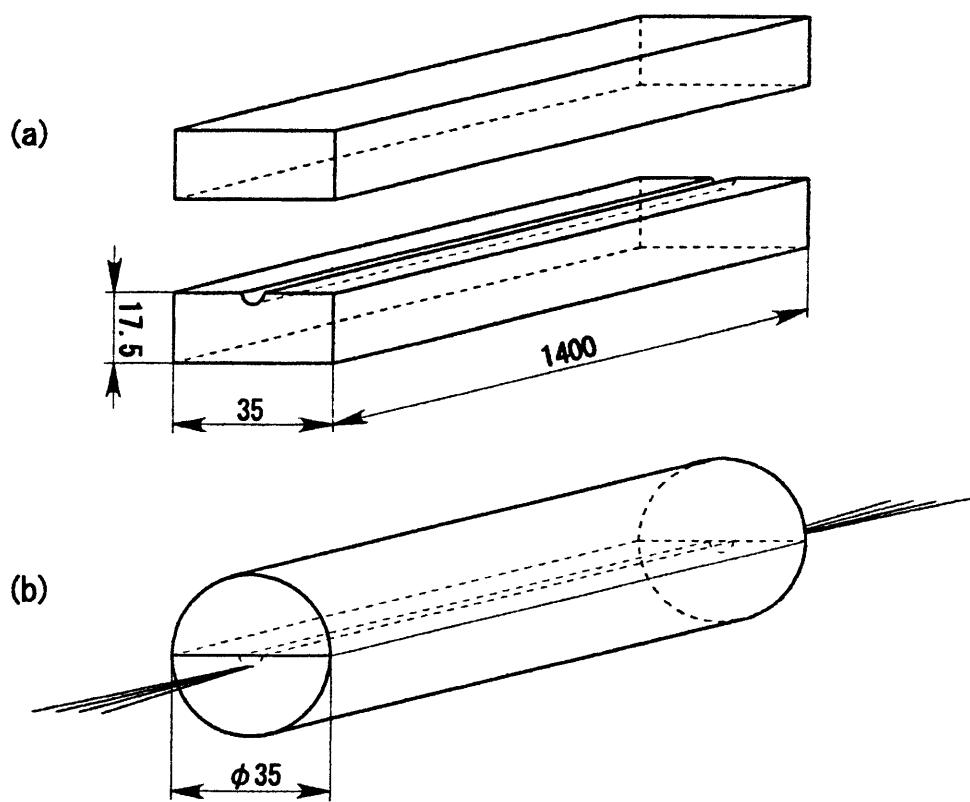


図 2.7 : 1000 kV 耐電圧光ファイバーの概要

2.5 結言

超高压電子顕微鏡に電界放出電子銃を搭載するには、電位的、空間的に離れた鏡体アース側からの遠隔操作が必要となる。このシステム開発とその過程で発生した技術課題の解決を図った。

- 1) 加速電圧 1000 kV の電位空間にある電界放出電子銃の制御、監視及び保護機能はその応答性を考慮して、双方向時分割多重光伝送方式と絶縁棒-ステッピングモータ方式を組み合わせてシステム開発した。
- 2) 光伝送方式の開発において、長期間(10年以上)の耐電圧性と加速電圧の電圧安定度($\leq 2 \times 10^{-6}/\text{min}$)を維持できる光ファイバーを試作開発した。この 1000 kV 耐電圧光ファイバーは、外径約 1 mm のポリイミド素線光ファイバーを外径約 35 mm のアクリル樹脂の中心に埋め込んだ構造であり、絶縁ガス SF₆ の分解ガスによる耐浸食性にも優れている。
- 3) 電界放出電子銃の実用的な重要課題は外部放電で誘発される陰極チップの破損防止機能である。このため、真空度、電界放出電流及び静電レンズの陽極放電を常時監視し、異常発生時には即時に電子銃動作を遮断する陰極チップの保護機能を開発した。

この制御・監視システムとチップ保護機能の組み込みにより安定な電界放出動作を可能とし、電界放出電子銃を備えた世界初の超高压電子顕微鏡が実現した。

参考文献

- [1] Sakaue T and Takagi A: *IEEE Transactions on Nuclear Science*. NS-26, 3983 (1979)
- [2] Chen X, Zhang X and Chen S: *Ion Implantation: Equipment and Techniques (Springer Series in Electrophysics 11)*, 167 (1983), (Springer-Verlag, Berlin)

第3章

電界放出電子銃の駆動電源システムの開発

3.1 序

超高压電子顕微鏡の電界放出電子銃は高電位空間に配置されるため、各種の電源や回路はバッテリー電源による駆動が必要であり、同時にこの駆動用バッテリー電源への安定な充電電力の供給が不可欠となる。

前章で述べたように、電子銃部の電源や回路は電位的に第1、第2陽極電位の2階建構造となり、バッテリー電源とその充電回路も各階に配置される。バッテリー電源は絶縁ガス雰囲気中で使用するため、充電時に発生する酸素や水素ガスを内部消費するガス吸収機構を持つ完全密閉構造のバッテリーを用いる。バッテリーには1セルの定格電圧1.2V、定格容量0.1~10Ah程度のものがあり、それらを組み合わせてコラムバッテリーとして任意の電圧、容量のバッテリー電源を設計できる。

また、バッテリー電源による駆動システムの基本的課題は、充・放電時間に制限されず電子顕微鏡の稼働時間が得られることである。即ち、負荷条件に適した容量を有するバッテリーで構成した駆動電源とその充電電力の安定供給にある。

充電電力の供給は、図3.1に示すように既存の鏡体アース側発振回路及びその出力トランジスタと高電位側の整流回路入力トランジスタとの間に接続されたフィルターコンデンサ回路を介して交流電力を伝送するが、この電力伝送方法は高電圧電源のon/offに拘わらず電力伝送が可能となる実用的な利点がある。

本研究の超高压電子顕微鏡のフィルターコンデンサ回路は、本来、電圧リップルの検出と熱陰極(LaB₆)の加熱電力(約5W)の伝送に用いられる。しかし、電界放出電子銃の駆動用バッテリー電源を充電する場合、従来のLaB₆熱電子銃に比べて約1桁大きい電力伝送が必要となる。このため、フィルターコンデンサ回路に挿入された高圧放電時のサージ対策用抵抗の発熱が充電電流の上限値約0.2Aを決める。この最大許容電流と共に回路の静電容量成分と抵抗成分も固定である。これら制約と装置の稼働時間の確保を考慮した高効率な電力伝送システムの開発が必要となる。

フィルターコンデンサ回路は、その静電容量成分と整流回路の入力トランジスタ側巻線

のインダクタンス成分との直列共振時にインピーダンスが最小、即ち電力伝送効率(即ち、実効電力)が最大となることは交流回路理論より理解される。そこで、鏡体アース側発振回路の正弦波出力の上限値となるトランジスト TR - 1 の入力電圧 約 200 V_{P-P}、フィルターコンデンサ回路の直列共振条件及び最大許容電流を前提にて所期の電力伝送の実現を図った。

また、バッテリー電源は過充電によって定格容量の永久的ダメージを受け、システム全体の安定性、信頼性が低下することはよく知られている。これを回避するため、終末時に充電電流を減少する 2 段定電流充電方式によって制御した。

本章では、駆動用のバッテリー電源とその充・放電電力量の評価、フィルターコンデンサ回路を介した充電電力の高効率伝送及び 2 段定電流方式による充電電流制御など、バッテリー電源による電界放出電子銃の駆動システム開発に關わる回路周辺技術の検討課題とその解決について述べる。

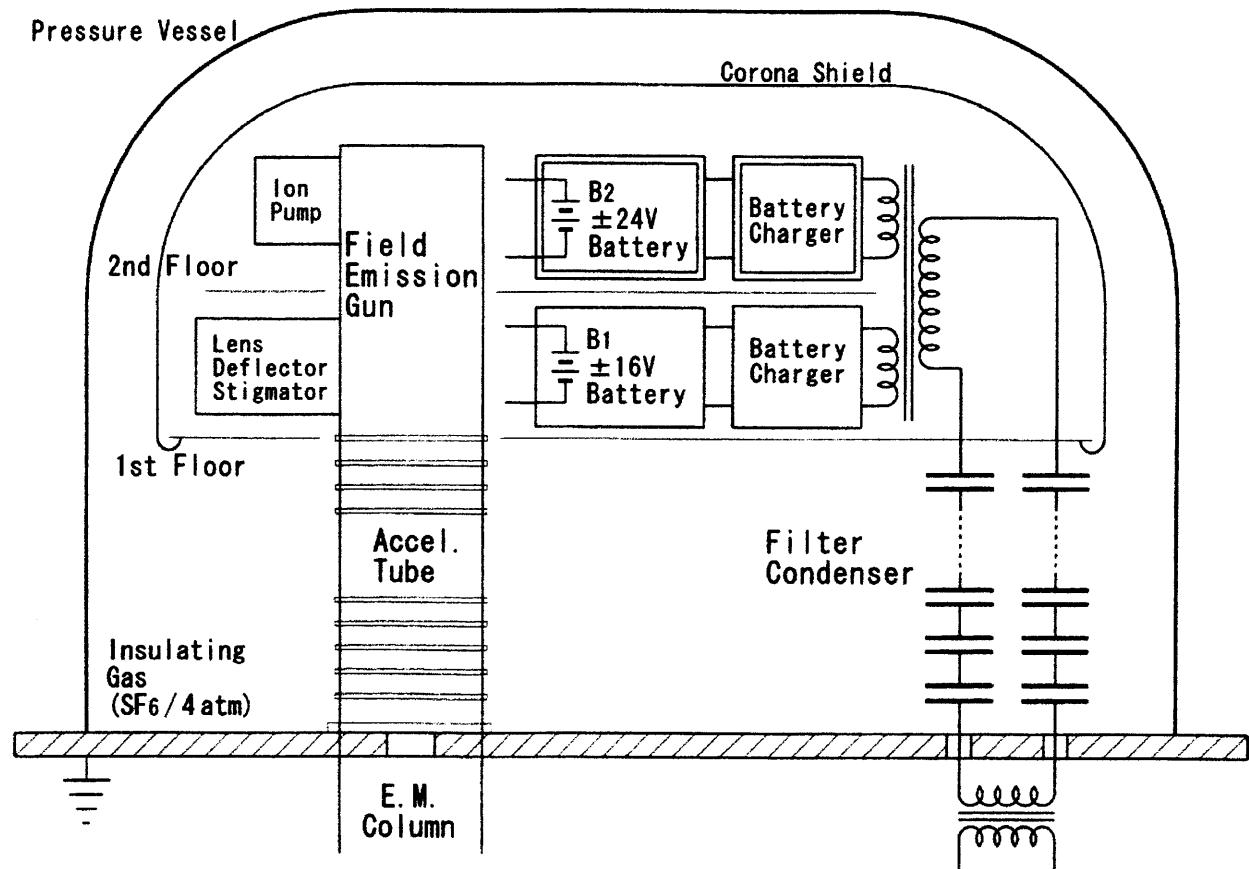


図 3.1：バッテリー電源駆動システムの概要

3.2 バッテリー電源と充・放電電力量

前述のガス吸収機構をもつ密閉形バッテリーには 1 セルの定格電圧 1.2 V、定格容量 0.1 Ah から 10 Ah 程度のものを組み合わせてコラムバッテリーとするバッテリー電源の設計概念を以下に示す。

- 1) 電界放出電子銃の各種電源や回路は 1st floor(第 2 陽極電位)、2nd floor(第 1 陽極電位)に区分して配置されることから、バッテリー電源も 1st floor、2nd floor 每に各々設置する。
- 2) 回路動作は一般に正及び負極性電源を必要とし、バッテリー駆動の場合に負極性は DC - DC コンバータで供給するのが通例である。しかし、コンバータのスイッチングノイズが走査透過像の分解能に影響する可能性が大きいため、本システムでは正極性、負極性のバッテリー電源で構成する。
- 3) 電子光学系の磁界レンズ、偏向器及び非点収差補正器の定電流回路は、それら駆動用バッテリー電源を介した回路間の相互干渉を除くため、他のバッテリー電源とは独立に設置する。
- 4) バッテリー容量は駆動負荷条件に対して放電率がほぼ一定となり、サイクル寿命の面から定格容量の大きいバッテリーを用いる。

表 3.1 に各 floor における正、負極性毎の消費電力の実測値を示す。これから、各バッテリー電源の定格容量は、装置稼動 10 時間/日 を考慮した放電 Ah の計算値の 2 倍を設計仕様と決めた。

次に、バッテリー電源に伝送すべき充電電力を概算する。総消費電力の実測値は約 50 W であり、上記稼動時間内の放電電力量は 500 Wh である。完全充電の電力量は経験的に放電電力量の 1.5 倍程度が必要とされるので、充電電力量は 750 Wh となる。電子顕微鏡性能への影響を考慮して稼働中には充電しないとすれば、充電時間は 14 時間が上限となり、充電に要する伝送電力は約 54 W (= 750 Wh / 14 h) が目安となる。

表 3.1: 駆動用バッテリー電源の構成

	Experimental Results		Design Specification	
	Power consumption [W]	Discharged Ah for 10h operation [Ah]	Battery voltage [V]	Battery capacity [Ah]
			+ 18	20
1st floor	17.3	9.6	+ 18	20
	11.5	6.4		
2nd floor	15.6	6.5	+ 24	10
	5.3	2.2		
total	49.7			

3.3 充電電力伝送回路

充電電力の伝送回路は図3.2に示すように、鏡体アース側の発振回路出力をフィルターコンデンサ回路を介して高電圧側に伝送する。高電圧側では伝送電力をバッテリー極性ごとに入力トランスで分割して、整流回路及び2段定電流回路により各バッテリー電源を充電する構成を持つ。以下にその主要部分である、フィルタコンデンサ回路、充電入力トランスと2段定電流回路を説明する。

3.3.1 フィルターコンデンサ回路

フィルターコンデンサ回路は、碍子管形コンデンサ(外径 約 200 mm、高さ 約 525 mm)を3個直列に積み重ね一組として加速管の左右に配置した計6個で構成され、発振回路出力トランス(TR-1)の2次巻線と充電回路入力トランス(TR-2)の1次巻線間を接続する回路である。また、1個の碍子管内には耐電圧性からコンデンサ(容量 $0.18 \mu F$)が60個直列接続で収められており、その静電容量は3000 PFとなる。更に、各コンデンサ間には放電サージ対策用の保護抵抗が接続されており、碍子管の内部抵抗は約170 Ωとなる。

3.3.2 充電入力トランスと2段定電流回路

高圧側の充電回路入力トランス(TR-2)の2次側巻線は、 $\pm 24 V$ 、 $\pm 18 V$ の4回路に分割され、回路毎に整流回路と2段定電流回路を通じて並列充電される構成をもつ。また、入力トランス(TR-2)の各巻線電位は図3.3に示すように、1次側巻線が陰極チップ電位、2次側の $\pm 24 V$ 巻線が2nd floor(第1陽極電位)及び $\pm 18 V$ 巻線が1st floor(第2陽極電位)となる。このTR-2は1st floorの V_1 電源(最大出力 -6 kV)と2nd floorの V_2 電源(最大出力 +40 kV)の出力を考慮した耐電圧50 kVの絶縁トランスである。

図3.4は充電終末時の充電電流を2段階に切換えて制御する定電流充電回路あり、その回路動作の概要を以下に示す。ここで、バッテリーの定格容量(Ah)を記号Cで表し、充・放電時の電流値をCの倍数で与える慣例(日本蓄電池工業会)に従って記述する。

- 1) 充電開始時には、電流値 $0.1C A$ の定電流充電を行ない、定格容量の 85 % ~ 95 %まで継続する。
- 2) この時、バッテリー充電電圧(定格値 $1.2 V/\text{セル}$)が 約 $1.3 V/\text{セル}$ に回復するのを検出し、充電電流を $0.01C \sim 0.03C A$ に減小して充電を継続する。この充電電流はトランジスタ Tr_1 をoffにすることにより抵抗(R_1)で制限する。この段階の充電はバッテリーの自己放電を補う程度のもので、更に継続してもバッテリー電圧は $1.45 V/\text{セル}$ より僅かに低い一定値を越えることはなく、過充電を防止できる。
- 3) 充電終了時のバッテリー電圧は温度係数 $-4 mV/^\circ C$ に従い充電時の温度で変化するため、充電電圧検出回路は充電終期電圧をサーミスター(TM)による温度補償回路を付加した。

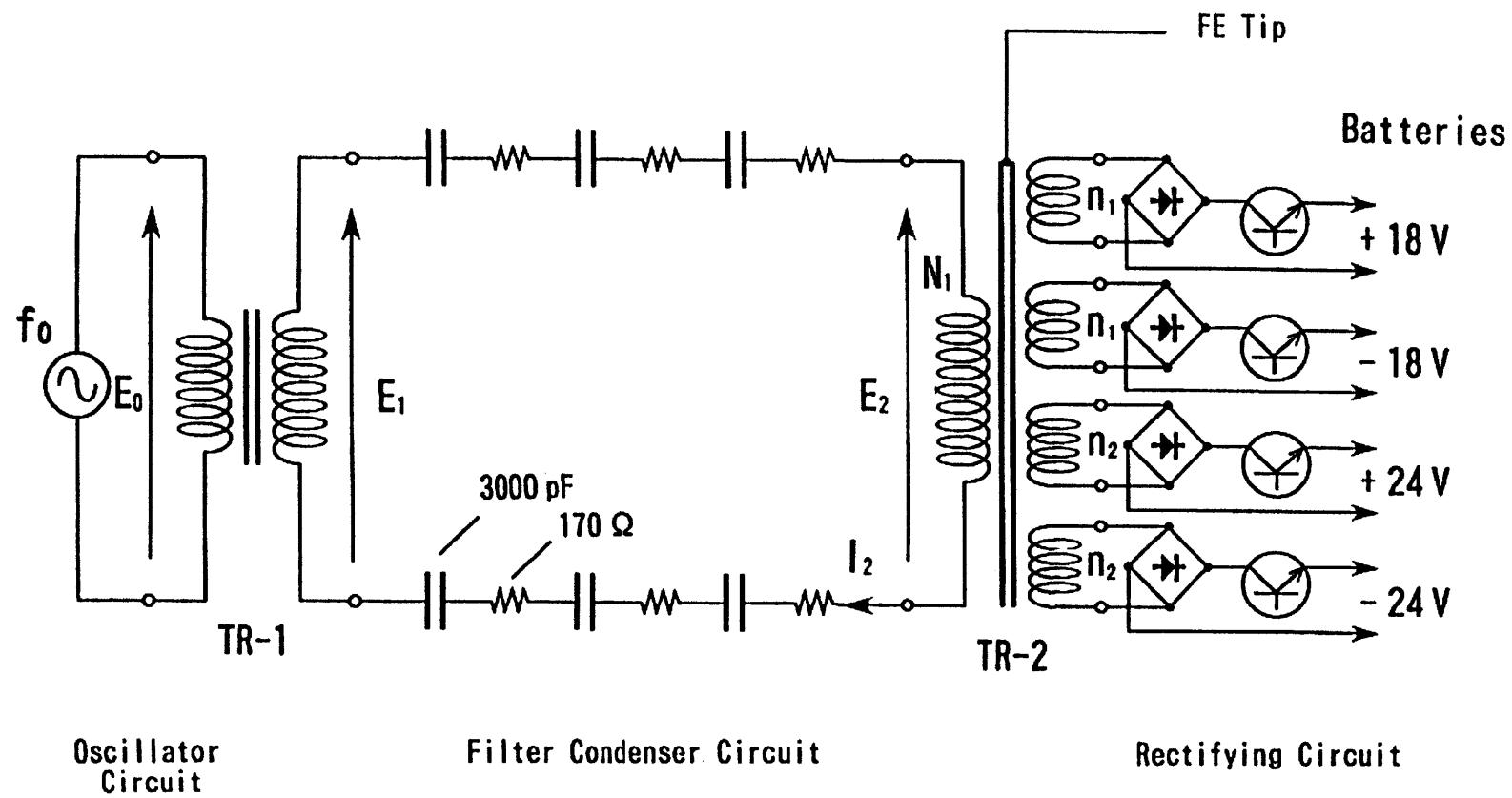


図 3.2：充電電力伝送回路

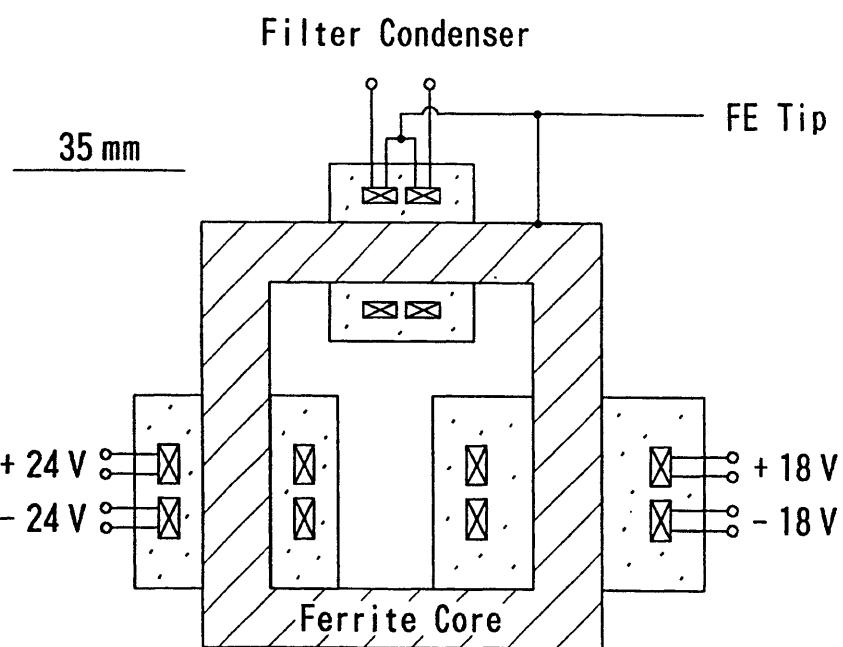


図 3.3：充電回路入力トランス (TR-2) の概略断面図

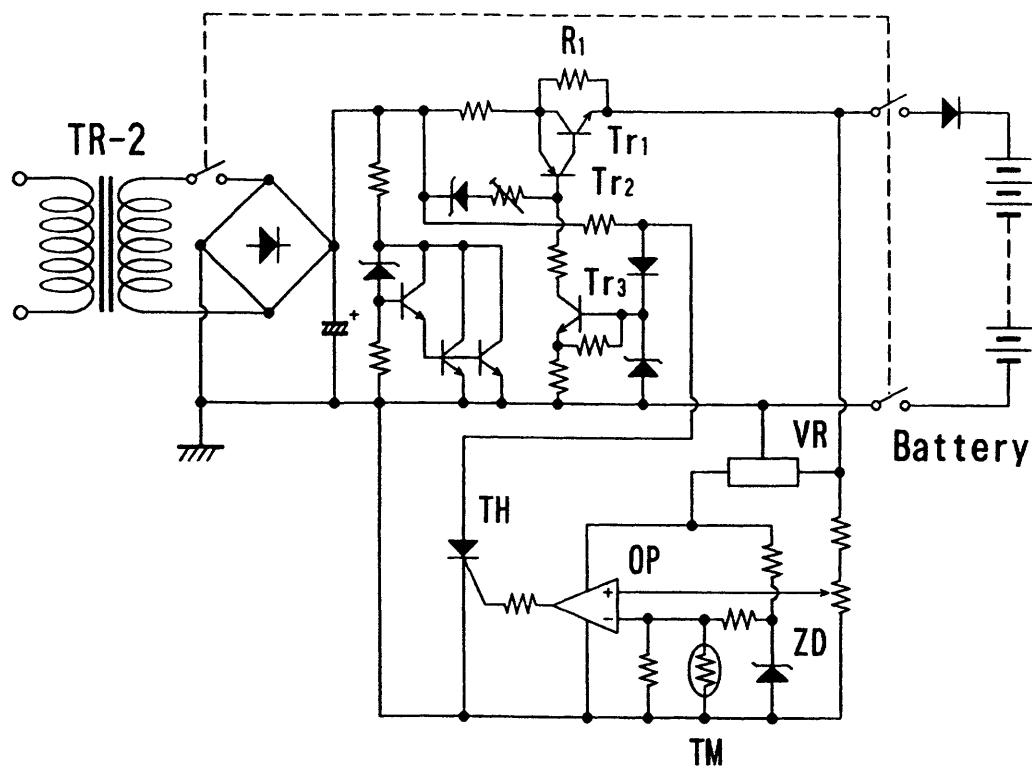


図 3.4：2段定電流充電回路

3.4 充電電力伝送実験

3.4.1 充電電力伝送実験

a) 入力トランス 1 次側巻線 N_1 と最適駆動周波数 f_0

充電電力伝送回路(図 3.2)において、伝送効率が最大となる動作条件は、フィルターコンデンサ回路の静電容量成分と充電回路入力トランス(TR-2) 1 次側巻線のインダクタンス成分との直列共振状態である。

電力伝送回路の回路要素は、碍子管形コンデンサ計 6 個が直列接続された静電容量成分 500 PF と内部抵抗成分 $1.02 \text{ k}\Omega$ は固定値であり、それと入力トランス(TR-2) 1 次側巻線のインダクタンスである。1 次側巻線数 N_1 に対する、直列共振周波数 f_0 とフィルターコンデンサ回路の実効電流 I_2 の測定結果を図 3.5 に示す。この測定は 3.2 節で算出した、2 次側へ伝送される充電電力が約 54 W となる条件で実施した。

その結果、発振回路の正弦波出力の上限値となる TR-1 入力電圧 E_0 (約 200 V_{P-P})及びフィルターコンデンサの発熱による最大許容電流 I_2 (約 0.2 A)を考慮すれば、TR-2 の 1 次側巻線数 $N_1 = 760$ T、共振周波数(最適駆動条件) $f_0 = 23.40 \text{ kHz}$ の時、充電電流が最大許容実効電流 $I_2 = 0.2 \text{ A}$ で伝送できることが確認された。また、当然のことながら、この伝送効率が最大となる駆動周波数は 2 次側 4 回路の巻数比に依存しないことも実験過程で確かめた。

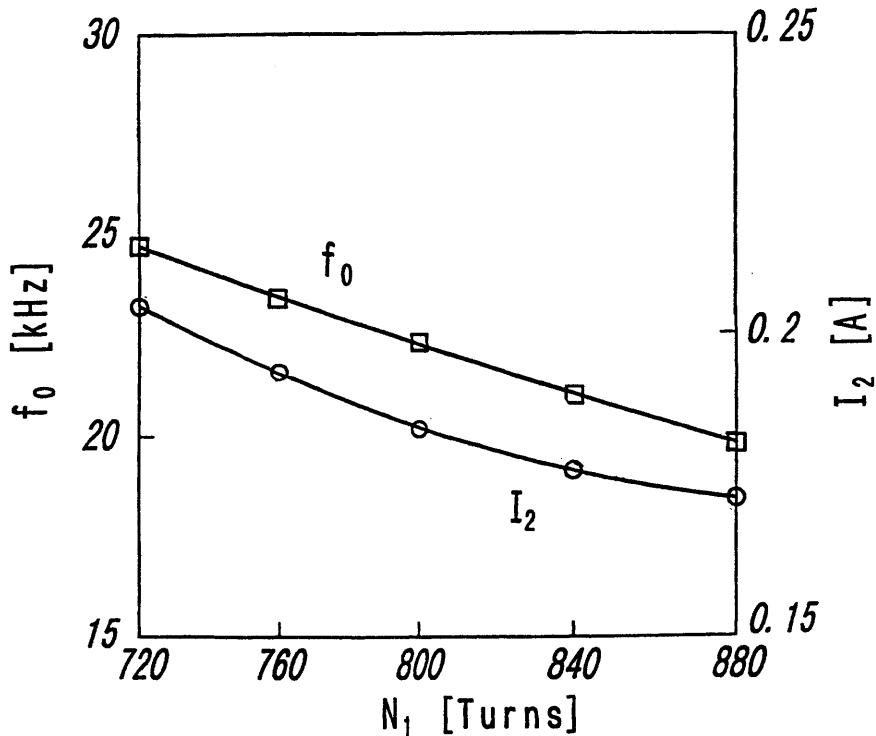


図 3.5 : TR-2 の 1 次側巻線 N_1 とフィルターコンデンサ電流 I_2 と最適な駆動周波数 f_0 。

b) 入力トランス 2 次側回路の巻線配分

充電回路入力トランス(TR-2)の2次側4回路の $\pm 18\text{ V}$ 及び $\pm 24\text{ V}$ バッテリーに表3.1に従って適性に充電電力を配分するため、2次側巻線配分を求める実験を行った。その際、電圧が等しい正、負極性バッテリーの巻線数を等しく、 $\pm 18\text{ V} = n_1$ 及び $\pm 24\text{ V} = n_2$ とした。そして、各バッテリーへの充電時間がほぼ等しく、即ち定格容量比(5:2.5:2.5:1)と充電電力の配分比がほぼ等しくなるよう、2次側巻線数 $n_1(\pm 18\text{ V})$ 、 $n_2(\pm 24\text{ V})$ の巻数配分を求めた。

TR-2は絶縁トランス構造(図3.3)とするため、2次側巻線の位置と絶縁物の形状が固定されること、鉄心が矩形であるため角部分では磁束が周辺の空間を漏れることから、充電電力を配分する巻数の予測が困難である。そこで、予め巻数の異なる幾つかの2次側巻線を準備して逐次交換し、その都度、最適駆動周波数($f_0 = 23.40\text{ kHz}$)の動作条件下で各バッテリーに供給される充電電力を測定した。

その結果、2次側巻線数を $\pm 18\text{ V}$ 用の $n_1 = 35\text{ T}$ 及び $\pm 24\text{ V}$ 用の $n_2 = 125\text{ T}$ とすれば、フィルターコンデンサ回路の実効電流 $I_2 = 0.194\text{ A}$ となる動作条件において、全充電電力 53.4 W を定格容量比とほぼ等しく 25.1 W 、 11.4 W 、 11.3 W 及び 5.6 W に配分することができた。

また、図3.6に2次側巻線数 $\pm 18\text{ V}$ 用の $n_1 = 35\text{ T}$ 、 $\pm 24\text{ V}$ 用の $n_2 = 125\text{ T}$ において、各バッテリーに供給される充電電力の駆動周波数への依存性を示す。

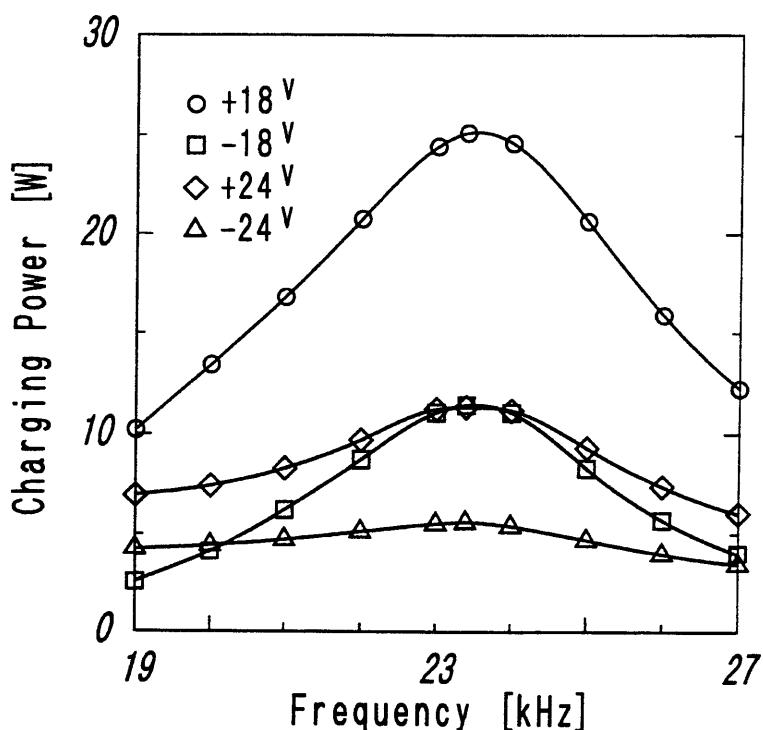


図3.6：バッテリー充電電力の駆動周波数依存性

c) 充電電力伝送回路の入力・出力動作特性

上述の実験結果、入力トランス(TR-2)の1次側巻線数 $N_1 = 760$ Tと最適駆動周波数 $f_0 = 23.40$ kHz 及び2次側巻線 ± 18 V用の $n_1 = 35$ T、 ± 24 V用の $n_2 = 125$ Tとする回路定数において、発振回路出力トランス(TR-1)の1次側入力電圧 E_0 に対する ± 18 V、 ± 24 Vバッテリーに伝送される充電電力、即ち充電電力伝送回路の入力・出力特性を求める実験を行った。

その結果、図3.7に示すように、TR-1の1次側入力電圧 $E_0 = 152$ Vp-p、フィルターコンデンサ回路の実効電流 $I_2 = 0.199$ Aの動作条件において、最大充電電力 65.0 Wの電力伝送が可能となることが明らかになった。

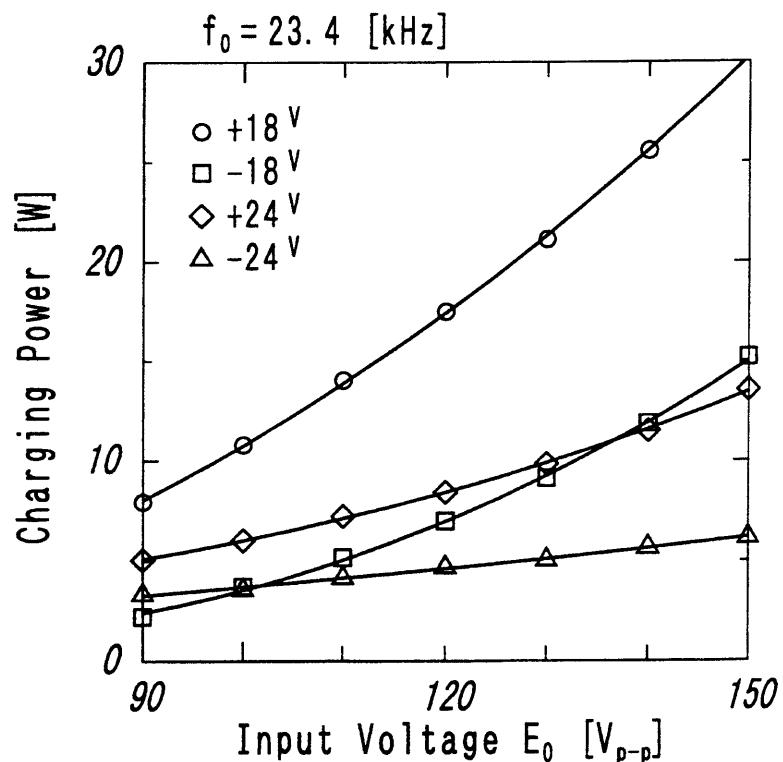


図3.7：フィルターコンデンサ回路の実効電流 $I_2 \leq 0.2$ AにおけるTR-1の入力電圧 E_0 と充電電力

3.4.2 2段定電流充電実験

$\pm 18\text{ V}$ 、 $\pm 24\text{ V}$ バッテリーの2段定電流充電回路実験の概要を以下に示す。

ある放電状態にある各バッテリーの充電電流は 図 3.8 a) に示すように、充電初期には約 0.1C A で定電流充電するが、充電率が高くなる充電終期には、約 $0.01\text{C} \sim 0.03\text{C A}$ となる2段定電流に制限され、充電電流は次第に小さくなる。

その2段定電流充電に至る各バッテリーの充電電流の変化について、TR-2 の1次側巻線数 N_1 及び2次側巻線数 n_1 、 n_2 の全ての巻線間に相互インダクタンス(あるいは相互誘導係数)の回路要素がある。従って、あるバッテリーの充電が進行して、2段定電流に制限された際、それ以外の巻線に流れる電流は、各充電回路のインピーダンスの変化に伴って増減する。

例えば、 -18 V 、 $+18\text{ V}$ バッテリーは初期に 約 0.1C A で定電流充電するが、充電終期 t_1 、 t_2 に至って逐次2段定電流(約 $0.01\text{C} \sim 0.03\text{C A}$)に制限される。その際、 $\pm 18\text{ V}$ 、 $\pm 24\text{ V}$ バッテリーは、充電電流変化に伴う各充電回路のインピーダンスの変化よって、僅かに充電電流が変動しながらも回復充電が進行していく。

図 3.8 b) に $+18\text{ V}$ バッテリーの充電電圧の経時変化を示す。上述したように、充電が進行して、2段定電流に制限された時点(t_2)に至る間、各バッテリーの2段定電流動作に伴い各充電回路のインピーダンスが変化することによって充電電流が増減するが、充電

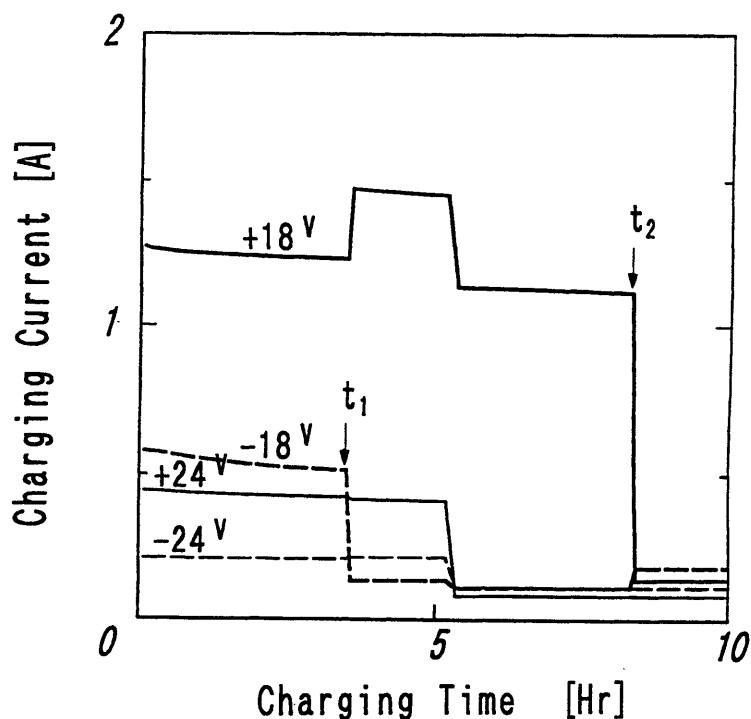


図 3.8 a) : 充電時における $\pm 18\text{ V}$ 、 $\pm 24\text{ V}$ バッテリーの充電電流の経時変化

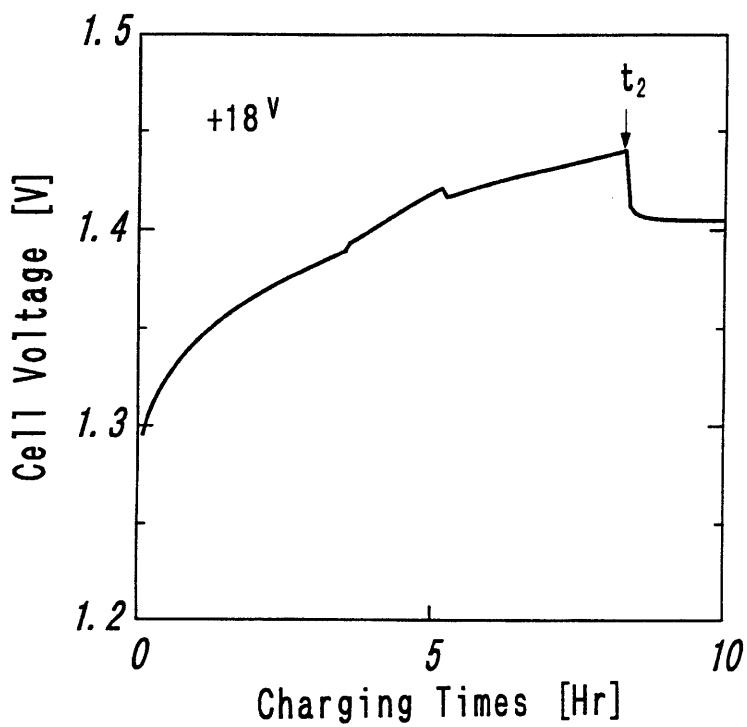


図 3.8 b) : 充電時における+18 V バッテリーの充電電圧の経時変化

電圧は時間経過と共に次第に高くなる。充電終期に充電電圧 約 1.44 V/セル を検出(t_2)した後、充電電流を $0.01C \sim 0.03C$ A に電流制限することにより、充電終期電圧 1.45 V/セル よりわずかに低い充電電圧 約 1.41 V/セル を維持し充電を継続する。

以上の充電電力伝送実験より、入力トランス(TR-2)の1次側巻線数 $N_1 = 760$ T、最適駆動周波数 $f_0 = 23.40$ kHz 及び2次側巻線数 ± 18 V 用の $n_1 = 35$ T、 ± 24 V 用の $n_2 = 125$ Tとする回路定数において、発振回路出力トランス(TR-1)の入力電圧 $E_0 = 139$ V_{p-p}、フィルターコンデンサ回路の実効電流 $I_2 = 0.194$ A となる動作条件下で充電電力53.4 W の伝送が可能となった。また、 ± 18 V、 ± 24 Vの各バッテリーは、2段定電流充電回路によって過充電の阻止を図りながら、回復充電することが確かめられた。

3.5 結言

加速電圧 1000 kV の高電位空間に設置される電界放出電子銃系を駆動するバッテリー電源とその充電システムを開発した。既存の熱陰極加熱電力(約 5 W)を伝送するフィルターコンデンサ回路を用いて、電界放出電子銃全体の電気回路を駆動するため 約 1 桁大きい電力伝送を実現した。

- 1) 充電回路は装置既存の発振回路とフィルターコンデンサ回路を利用して、定電流充電回路(2段充電方式)とバッテリー電源を新規開発した。バッテリー電源は絶縁ガス雰囲気中に置かれるため、充電時の発生ガス吸収機構のセルを組み合わせた。
- 2) 既存の発振回路の出力上限値となるトランス TR-1 の入力電圧(約 200 V_{P-P})とフィルターコンデンサ回路の発熱による最大許容電流(約 0.2 A)、同時に装置稼動時間(10時間)以外での充電完了を考慮して、1 桁大きい充電電力(約 54 W)を伝送する。そのフィルターコンデンサ回路及び充電回路入力トランスが直列共振となる周波数 f_0 を実測し、発振回路の駆動条件を明らかにした。
- 3) 充電時間の効率化のため、消費電力から決まる各バッテリー電源の定格容量比の測定値と等しくなるように、充電トランス(TR-2)の2次側巻線数の配分を決めた。この結果、+18 V、-18 V、+24 V、-24 V バッテリー電源の測定容量比(5 : 2.5 : 2.5 : 1)とほぼ等しい充電電力比(25.1 W : 11.4 W : 11.3 W : 5.6 W)で総充電電力約 54 W が伝送できる。また、フィルターコンデンサ回路の許容電流範囲内で伝送できる最大電力は 65 W と向上した。
- 4) 定電流充電回路の出力を、充電開始時は 0.1C A(但し C : 定格容量)、充電終期は 0.01C~0.03C A と2段制御することで、バッテリー電源の過充電を回避した。

その結果、駆動用バッテリー電源による電界放出動作時間と回復充電時間が電顕像観察等に支障を及ぼさないという初期の目的を達成することができ、超高圧電子顕微鏡用電界放出電子銃の安定動作に不可欠な駆動用バッテリー電源とその充電システムを開発することができた。

第4章

電界放出電子銃の超高真空排気システムの開発

4.1 序

電界放出は陰極チップ先端(曲率半径 約 $0.1 \mu\text{m}$)に $5 \times 10^7 \text{ V/cm}$ 程度の高電界を印加して、トンネル効果によって陰極から電子を放出させる。放出電流密度は陰極表面の仕事函数と電界強度で決まり、その安定性は電子銃室、特に陰極チップ周辺の到達真空度に大きく影響される。仕事函数の変動は陰極表面へのガス吸着、また電界強度の変動はイオン衝撃による形状変化が最大の要因となり、放出電流の時間的変動を引き起こす。従って室温状態の電界放出で安定な放出電流を得るためには、電子銃室内で 10^{-8} Pa 台の超高真空度を達成することが重要な技術的課題となる。

超高压電子顕微鏡の電子銃は安定に加速電圧を印加するため長い多段加速管頂部に搭載される。例えば、1000 kV 級の加速管は電極と絶縁碍子を交互に 30 段以上配置した高さ 1.4 m の細長い円筒形状の構造となる。通常、熱電子銃はポンプ電源の関係で加速管下部(鏡体アース側)に設置したイオンポンプで真空排気される。一方、電界放出電子銃は 2 枝以上高い真空度を必要とするので、従来の排気構成では加速管の大きな排気抵抗のため超高真空の達成が困難となる。

この解決手段として、電界放出電子銃室に直付けした専用のイオンポンプによる超高真空排気と、電子銃部の到達真空度を考慮した差動排気構造を持つ排気システム設計が不可欠となる。また、このイオンポンプは加速電圧と等しい高電位空間に設置されるため、高圧電源の小型モジュール化とそのバッテリー駆動の開発が必要である。更に、放出電流の安定性を維持するため、放出電子の衝撃による第1陽極面からの吸着ガスの脱離や陽極内部からの気体放出等による超高真空度の劣化も解決すべき課題となる。

また、簡便な真空計測法の組み込みも排気系開発の要点である。電子顕微鏡システムが稼働状態における、電子銃室の真空度監視については既に第2章で述べた。しかし、電子銃部の制御・監視システムの調整作業時や陰極チップの交換作業時には光伝送システムに依らない計測法が必要である。

本章では超高真空システム開発のこれら技術課題とその解決法を述べる。

4.2 電界放出電子銃の超高真空排気系

4.2.1 イオンポンプ直接排気と差動排気システム

本研究は従来の LaB₆ 熱電子銃に代えて、高輝度な電界放出電子銃を超高压電子顕微鏡に搭載することを目的に開始された。図 4.1 は 1000 kV 超高压電顕の熱電子銃排気系であり、電子銃は 34 段加速管を介して鏡体アース側に配置されたイオンポンプ(排気速度 $S_0 = 1000 \text{ l/sec}$)で真空排気される。また、同図には気体分子運動論により加速電極形状から算出した排気抵抗を用いて加速管各部における排気速度の計算結果を示す [1]。

これより、イオンポンプから中心線距離 $L_5 = 3.5 \text{ m}$ にある加速管頂部の実効排気速度 $S_5 = 6.1 \text{ l/sec}$ となり、 $S_0 / 150$ 以下に減少することが分かる。通常、熱電子銃の動作真空度は 10^{-6} Pa 台後半であり、それより 2 极高い超高真空度を必要とする電界放出電子銃の場合は、専用のイオンポンプを高電位空間に配置して、電界放出電子銃と加速管を差動排気で分離するシステム構成が必要となる。

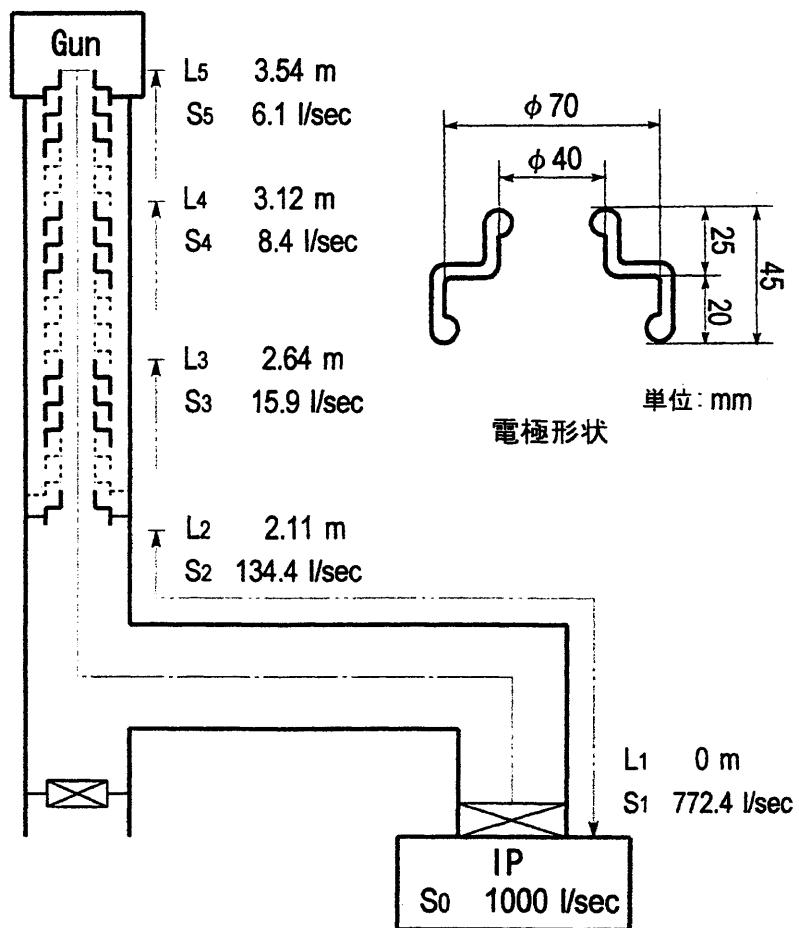


図 4.1: 超高压電子顕微鏡の電子銃排気系

a) 電界放出電子銃の排気系構成

超高圧電子顕微鏡用の電界放出電子銃排気系の概略構成を 図 4.2 に示す。電子銃部は陰極チップと静電レンズを含む電子銃室、及び放出ビーム調整用の磁界レンズと補正コイル類を配備する中間室から構成される。前述のように、加速管頂部に対応する中間室の到達真空度と陰極チップ周辺の目標真空度には 2 枠以上の差がある。このため、電子銃室は静電レンズの第 1 , 第 2 陽極電極の各々に直径 1 mm の薄い固定絞りをオリイフィス(排気コンダクタンス 約 9.1×10^{-2} l/sec)として用いる 2 段差動排気構造とした。即ち、電子銃室は陰極チップを備えた第 1 陽極室と静電レンズ作用をする第 2 陽極室とに分離して、第 1 陽極室は陰極チップを中心に軸対称配置した 10 l/sec のイオンポンプ 6 台で、第 2 陽極室は左右対称配置した 20 l/sec のイオンポンプ 2 台で直接排気する。この差動排気によって、中間室の影響による第 1 陽極室の真空度低下は 1×10^{-9} Pa 以下に抑えることが可能である。その結果、第 1 陽極室では電界放出に必要な動作真空度 10^{-8} Pa 台を達成できた。

電界放出時の電子衝撃によるガス放出の抑制には第 1 陽極の脱ガス処理も重要な課題である。第 1 陽極は電気的・熱的に絶縁されているためセラミックヒータを内蔵した陽極構造として、真空中で加熱脱ガス処理を可能とすることで電界放出動作中の真空度劣化も著しく改善された。また、中間室に装備される磁界レンズや補正コイルは中間室の鏡体に耐真空溶接した非磁性ステンレスパイプ外側(あるいは大気側)に配置して、中間室の到達真空改善を図った。更に、電界放出電子銃には電子銃室下部と加速管上部に 2 個のゲートバルブを設け、各部を隔離して効果的に加熱脱ガス排気を実施できる構造とした。

上述の電子銃室イオンポンプは、1000 kV の高電位空間となる SF₆ ガスの高圧タンク内に設置されるので、鏡体アースから絶縁されたイオンポンプ用高圧電源とその電力供給用のバッテリー電源が必要となる。このため、高圧電源にはバッテリー駆動とするコッククロフト・ワルトン回路を基本とした定格出力電圧 10 kV、定格出力電流 500 μA の小型モジュール高圧電源(松定プレシジョン製：HPR-10P)を採用した。また、バッテリー電源には第 3 章で述べた、繰り返し充電の可能な Ni-Cd バッテリーを用いて必要な定格電圧 +18 V の電力供給を行なう。

b) イオンポンプ排気特性とモジュール高圧電源

イオンポンプ排気によるイオン電流はポンプ内の真空度に比例することはよく知られている。排気が可能な真空領域はモジュール高圧電源の出力電流 500 μA で制限されるから、イオンポンプ電流最大値を 400 μA に設定して排気速度に対する真空度の関係を確かめた。

図 4.3 に示すように、イオン電流 I_p はポンプ排気速度 S と真空度 P に比例することから、このモジュール電源で電子銃室のイオンポンプ 8 台(総排気速度 S = 100 l/sec)を起動させる場合、真空度が 3×10^{-5} Pa 以下なら排気起動が可能であることが分かる。即ち、加熱脱ガス中はターボ分子ポンプ(図示省略)で排気し、次第に放出ガスが減少して上記真空度に達した時点でイオンポンプに切り換えて連続排気する。

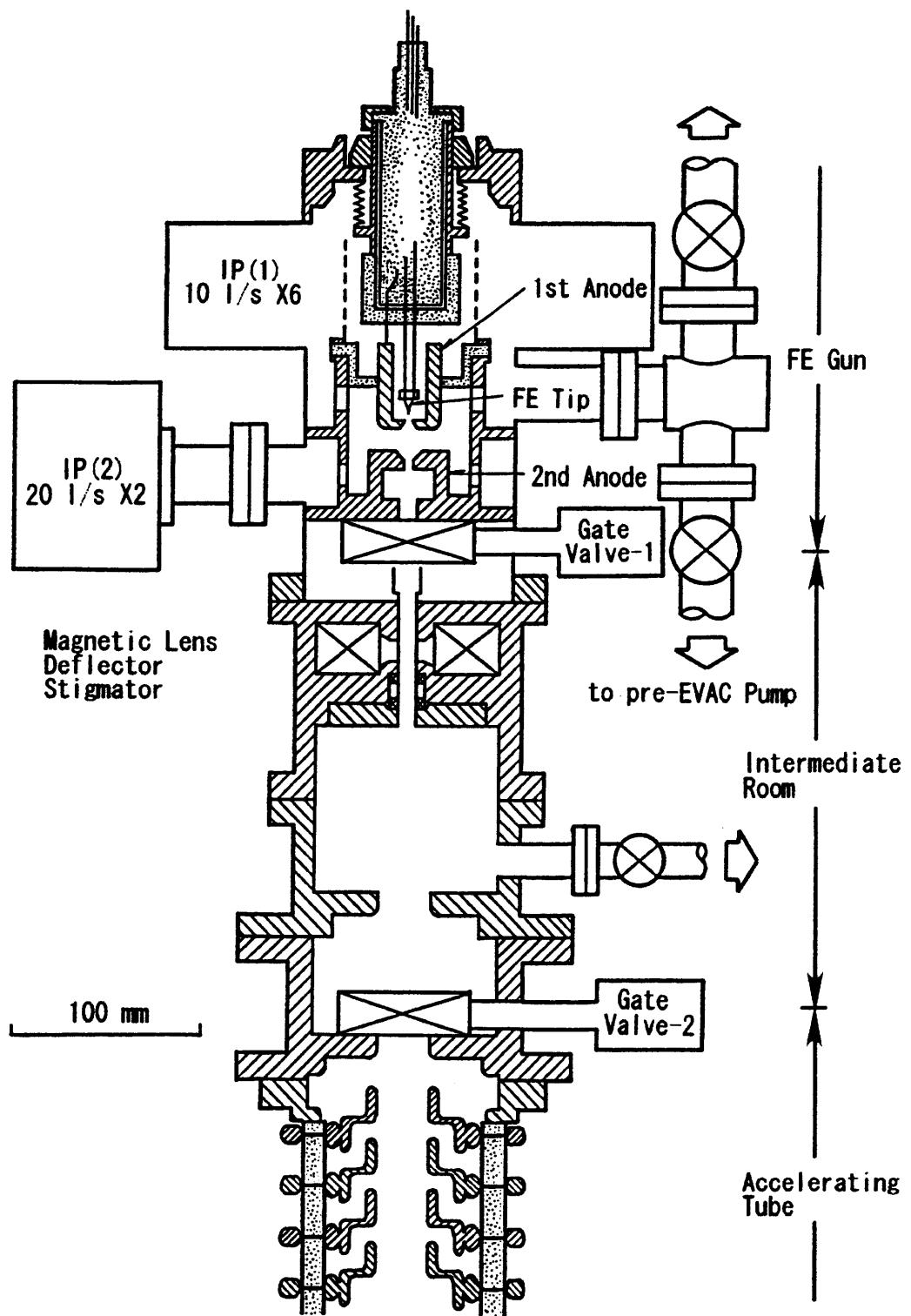


図 4.2 : 超高圧電子顕微鏡用電界放出電子銃の概略構成

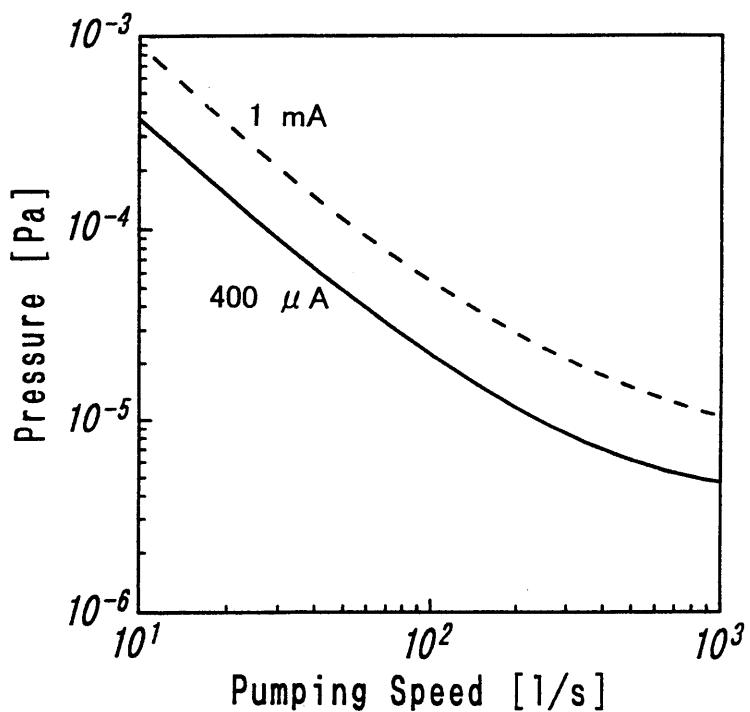


図 4.3：イオンポンプ排気速度と真空度の関係

c) モジュール高圧電源のバッテリー駆動

イオンポンプ高圧源をモジュール電源(出力電圧 10 kV、出力電流 500 μ A)によってバッテリー駆動する場合、バッテリー電源の定格容量を明確にする必要がある。高圧電源の入力電流がバッテリーの放電電流となることから、入力電圧 D.C 18 V、出力電圧 D.C 7 kV の動作条件で、金属被膜抵抗(10 M Ω ～10 G Ω)を擬似負荷としてバッテリーの放電電流と疑似負荷電流の関係を測定した。

図 4.4 の測定結果より、モジュール電源の出力電流、即ちイオンポンプ電流 400 μ A を最大値と設定する場合、バッテリーの放電電流約 0.25 A であることが分かる。電界放出電子銃の1日当たりの稼働時間を約 10 時間とすれば、残りの待機時間中は充電可能であるため、モジュール電源の駆動用のバッテリー電源は、数 Ah の定格容量があれば十分であることが確認できる。また、電界放出動作の待機時間にバッテリー電源の回復充電を適切に行う必要があることは言うまでもない。

4.2.2 電子銃及び加速管のガス放出低減

前述のように、電界放出電子銃は総排気度速 100 1/sec のイオンポンプで直接排気し、2段差動排気することによって超高真空を得ている。それ以後の電子銃中間室あるいは加

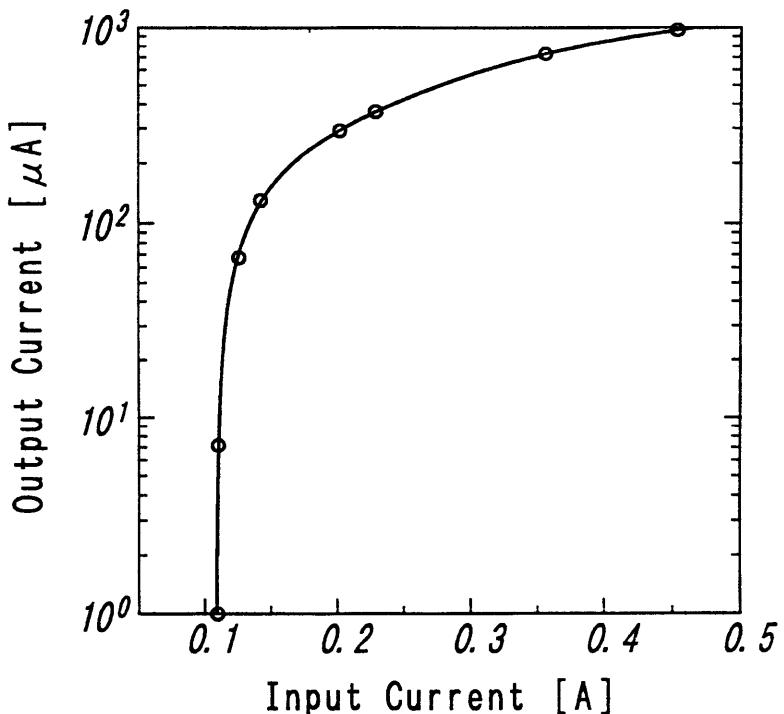


図 4.4：イオンポンプ用モジュール高圧電源の電流特性

速管(高さ 約 1.4 m)頂部周辺は、L型真空排管(全長 約 2.1 m)を介して、鏡体アース側のイオンポンプ(排気速度 1000 1/sec)で排気される。この排気系構成で各部の所要真空度を実現するには、効果的な加熱脱ガス排気が必要であり、排気系全体を放出ガスが再吸着しないように均一に高温加熱すると同時に加熱温度を長時間維持しなければならない。

a) 電子銃室の加熱脱ガス排気

電子銃部品は電解研磨後、約 10^{-4} Pa の雰囲気中で加熱温度 約 450°C で約 30 時間、真空脱ガス処理される。これら部品で組立てた電子銃室は真空容器部のシーズヒータとイオンポンプの専用プレートヒータにより 約 250°C に加熱されて、予備排気用ターボ分子ポンプによって 5 日間連続で脱ガス排気される。また、放出電子の衝撃を受ける第 1 陽極は熱絶縁されており外部から伝導加熱が困難である。このため、第 1 陽極部内に組み込んだセラミックヒータで真空内の直接加熱によって、電子銃室と同時に 約 250°C の脱ガス排気を可能とした。また、加熱温度 約 250°C の上限は中間室部の磁界レンズや各種コイルの巻き線、ポリイミドエナメル化耐熱電線(DETAKTA ML-WIRE)の連続使用温度により決定される。

b) セラミック製加速管の加熱脱ガス排気

従来熱電子銃の加速管は絶縁ガラスと加速電極を交互にエポキシ樹脂で接着し、接着材の放出ガスをインジューム材でシールする構造であった。この構造では耐熱性が低いので超高真空を必要とする電界放出電子銃には使用できないため、ベーキング可能なセラミック製加速管を試作導入して十分な加熱脱ガス排気による超高真空の達成を図った。新規開発したセラミック製加速管は、アルミナ含有量 99 % のアルミナセラミック(京都セラミック A-479)素材と加速電極部をメタライズ技術により耐真空銀蝋付けする加工技術によって作製される。セラミックと金属との封着方法はセラミック表面に Mo-Mn 混合ペーストを塗布して水素気流中で焼結する。つぎに Niメッキを施した後、セラミックに熱膨張係数が近いコバルル材(Fe-Ni-Co 合金)の電極部を銀蝋付けして作成される。セラミック製加速管は沿面絶縁耐力が 10 kV/mm と高く、また耐熱温度も約 900°C であり、超高真空に必要な脱ガスベーキングが可能である。

電子銃室の加熱脱ガス排気と並行して、セラミック製加速管(高さ 約 1.4 m)、L 字型排管(全長 約 2.1 m)及びイオンポンプから構成された排気系全体をベーキング温度 約 250°C に加熱して、予備排気用ターボ分子ポンプにより 約 10 日間を目標に加熱排気する。このように大きな構造体を加熱排気する場合、昇温・降温時に熱容量や熱伝導の差異によって熱変形が生じやすく、シール部分からの真空漏れを発生する場合がある。このため、排気系全体の温度分布を計測して、各部ヒータ電力を調整することにより加熱温度の均一化を期す。また、陰極チップ交換時など電子銃室を大気圧にする場合、加速管部はゲートバルブ 2 で隔離されて真空が維持される構造とした。

4.3 コンデンサ・ネオン管回路による真空度モニター

通常排気状態における電子銃室の真空度モニターについては既に第2章で詳述した。しかし、電子銃を制御・監視する光伝送システムの調整作業時や陰極チップの交換作業など、例外的な状況下の真空度測定に対応する簡便で省電力なモニターシステムを備えなければならない。

この課題はコンデンサとネオン管の並列回路(図4.5)をイオンポンプ高圧電源回路に挿入し、ネオン管発光を簡易的に光伝送することにより解決される。以下に、この真空度モニターの回路動作について述べる。

- 1) コンデンサがイオンポンプ電流 I_{ion} によって充電され、端子電圧がある一定値に達するとネオン管が発光してコンデンサは放電する。以後、ネオン管の発光とコンデンサの放電、再充電を繰り返す。この発光をフォトダイオードで受光して単一チャンネルの送信専用モジュールにより、光ファイバーを介して鏡体アース側に光伝送する。
- 2) 鏡体アース側では受信専用モジュールにより、高電圧側のネオン管発光と同期してLEDを点滅させる。
- 3) ネオン管の発光間隔は、コンデンサ容量 C に比例し、イオンポンプ電流 I_{ion} に逆比例する。一方、イオンポンプは真空度に比例したイオン電流を発生する一種の定電流源として動作するので、LEDの発光間隔より概略の真空度が測定できる。

図4.6に陰極チップを中心に軸対称配置したイオンポンプ6台(総排気速度 60 l/sec)で構成する第1陽極室において、代表的な2つの測定値である $20 \mu A - 2.7 \times 10^{-6} Pa$ と $230 nA - 3.0 \times 10^{-8} Pa$ より外挿したイオンポンプ電流と真空度の比例関係を示す。そのイオンポンプ電流 - 真空度の関係は、外挿直線ではあるが、これにより第1陽極室の到達真空度を十分確認できる。また、同図にはコンデンサ・ネオン管回路の静電容量 0.01、0.022 及び $0.047 \mu F$ におけるイオンポンプ電流に対するネオン管発光間隔の測定結果も示す。

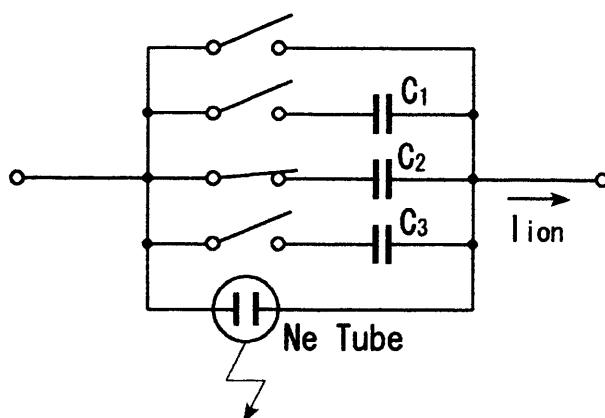


図4.5：コンデンサ・ネオン管回路による真空度モニター回路

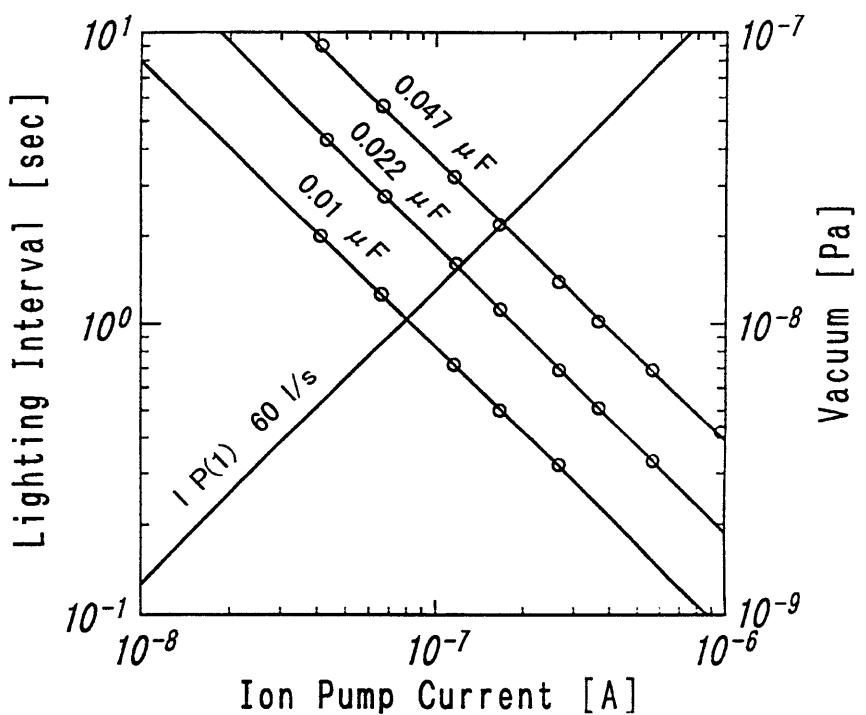


図 4.6：第 1 陽極室のイオンポンプ電流－イオンポンプ圧力特性

本開発装置では第 1 陽極室排気のイオンポンプ電流 約 57 nA となることから、陰極チップ周辺の到達真空度は 約 7.5×10^{-9} Pa と推定される。その際、容量 $0.47 \mu F$ における発光間隔は 約 6.5 秒(発光回数 約 9 回/分)であった。

この結果より、光伝送システムによる電子銃制御・監視ができない場合や電界放出動作の待機時間において、電子銃の真空度を知る手段としてネオン管の発光間隔を目視する簡便な手法が得られた。一方、高電圧側の送信専用光伝送モジュールの消費電力は 約 0.1 W であり、光伝送システムの消費電力 約 1.7 W に比べ省電力の測定手段となる。

4.4 結言

加速電圧 1000 kV の電位空間となる超高压電子顕微鏡用加速管に搭載する電界放出電子銃室を超高真空化するための対応策を以下に示す。

- 1) 電界放出電子銃の第1陽極室に 10 l/sec のイオンポンプ 6 台を軸対称に配置し、第2陽極室に 20 l/sec イオンポンプ 2 台を左右対称に配置した総排気速度 100 l/sec で電子銃室を直接排気した。また、第1陽極室、第2陽極室及び中間室をそれぞれ穴径 1 mm のオリィフィスで分離する2段差動排気構造として、陰極チップ周辺の到達真空度 7.5×10^{-9} Pa を達成した。
- 2) イオンポンプ高圧電源は小型モジュール高圧電源を用いた繰り返し充電可能なバッテリー駆動方式を開発した。このため、モジュール電源は加熱脱ガス排気中の真空度 (2×10^{-5} Pa 以下) でイオンポンプ排気に切り換えるできる電流容量とした。また、駆動用バッテリー電源は電子顕微鏡稼働時間を考慮して、待機時間内に充電できる定格容量を持たせた。
- 3) セラミック製多段超高压加速管を開発し、超高真空化に不可欠な加熱排気を可能とした。また、電子銃第1陽極部にヒータを内蔵して真空内加熱すると共に、加速管を含めた真空系全体を均一な高温加熱により脱ガス排気できる構造とした。
- 4) 陰極チップ交換など電子銃単体調整時の真空状態をモニターするため、省電力で簡便なコンデンサとネオン管の並列回路による測定法を開発した。

従来の超高真空技術を細心に集約して超高压電子顕微鏡に適用を図ったもので、これら技術課題の解決によって電界放出電子銃の動作真空 10^{-8} Pa を達成できた。また、放出電流の安定性も陽極内蔵ヒータやセラミック製加速管の開発による加熱脱ガスにより解決された。この結果、電界放出電子銃を用いて初めて安定な 1000 kV 電子ビームを得ることに成功した。

参考文献

- [1] 中川 洋：真空技術入門、朝倉書店、121 (1964)

第 5 章

電界放出電子銃のフラッシングシステムの開発

5.1 序

現在、電子顕微鏡に使用される電子源は熱電子放出型、熱電界放出型及び冷陰極電界放出型に大別される。電子源の輝度とビームエネルギー幅は基本性能であり、また放出電流の安定性と陰極の寿命も実用的には重要である。いずれの電子源でも、これらの特性は材料本来の仕事関数に影響する陰極表面の清浄さに強く依存し、陰極表面の清浄さは電子源の動作原理と密接に関係する。

熱電子放出型のタンクスチタン(W)や六硼化ランタン(LaB₆) 陰極は、動作温度がそれぞれ 2800 K、2000 K 程度と高温のため陰極材料の蒸発は伴なうが、残留ガスの吸着は起こらず清浄な陰極表面が維持される [1, 2]。また、熱電界放出型の電子源として遷移元素の W(100) 面への吸着を利用した Zr/O/W ショットキー陰極が最近登場した。この複合陰極は動作温度が 1800 K でガス吸着の影響はなく、ジルコニウム(Zr) の表面移動によって常に清浄な陰極表面が維持される。これら高温動作の電子源では安定な熱放出電流が得られると共に、陰極材料の仕事関数と動作温度で決まる放出特性が得られる [3]。

一方、図 5.1 に示すように冷陰極電界放出型電子源は、室温状態で電界作用だけにより、針状陰極からトンネル効果で電子放出させる。この電子源はビーム干渉性と関連する高い輝度と小さいエネルギー幅が同時に得られる特徴を持つ。本研究では陰極チップに単結晶 W<310> を用いた冷陰極電界放出電子銃の搭載を目的に、超高圧電子顕微鏡の電子銃部の超高真空化について前章で述べた。

この電子源は室温動作のため陰極表面のセルフクリーニング作用がなく、電界放出動作の直前に陰極チップを短時間で高温加熱して表面の吸着ガスや微小な突起物を除去するフラッシング処理が必要である。更に、長時間の放出動作後にも日常的にフラッシング処理を実施して、清浄表面を再生することになる。また、その冷陰極電界放出電子源は 10^{-8} Pa 台前半の超高真空雰囲気では、フラッシングを適切に実施する限り、寿命は原理的に無限である。主な寿命の決定要因は過度の加熱を伴なうフラッシングによってチップ先端の曲率半径が徐々に増加し、電界放出電圧が高くなることにある。この陰極チップの鈍化

により陽極と狭い絶縁領域に高い電圧をかける必要が生じて、次章で述べる電子銃部に形成される静電レンズの電子光学的な動作条件が設定不能となることに関連する。

フラッシング処理を難しくする要素は、陰極全体形状やその先端半径によって、タングステン原子の表面移動による先端の鈍化傾向がばらつくことがある。ヘアピンフィラメントに点溶接された陰極チップは、フィラメントの瞬間的な通電加熱によってフラッシングされる。実装状態では電子銃外部から陰極チップの観察や加熱温度の測定ができないことが、適切なフラッシング条件の設定を困難にする。従って、電子光学的な設定条件を維持して高輝度かつ長寿命で使用するには、陰極チップ先端の鈍化を極力抑制すると共に清浄表面を再生するために十分な高温加熱ができる、信頼性の高いフラッシング処理の条件決定が不可欠となる。

本章では、ヘアピンフィラメントを連続通電して熱放出電流を測定し、熱放出電流を陰極チップの加熱温度に校正する予備実験について述べる。つぎに、この校正曲線を利用して加熱電力と加熱時間を組み合わせたフラッシング条件の決定及び双方向光伝送システムによるフラッシングの制御・監視について述べる。

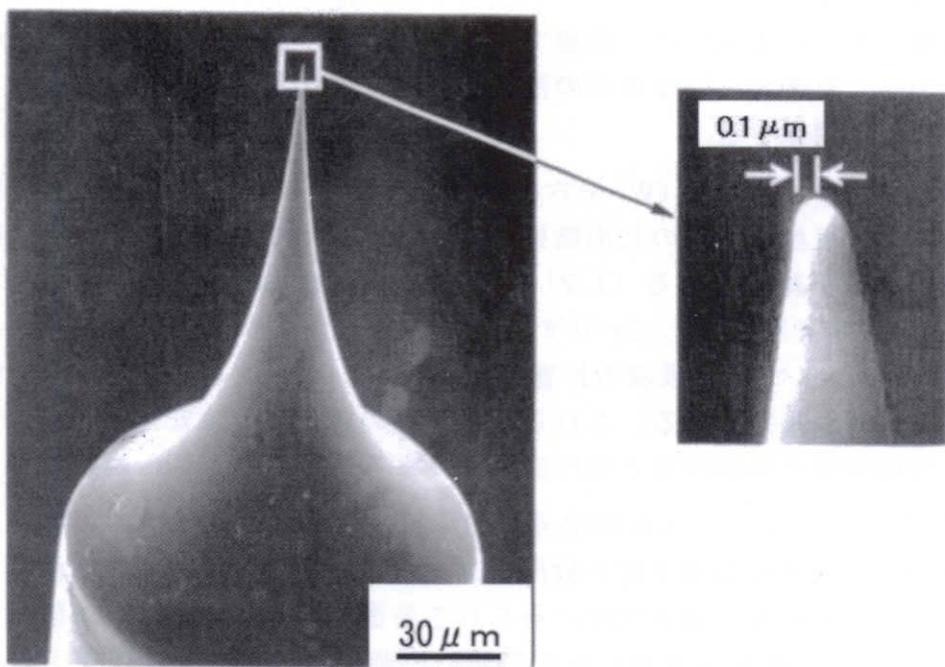


図 5.1：単結晶 W<310> 陰極チップを用いた冷陰極電界放出電子源の外観
(日立製作所基礎研究所のご好意による)

5.2 陰極チップの加熱温度と熱放出電流

陰極チップは電解研磨で先端が形成されるが、研磨状態のままでは先端曲率半径が極めて小さく、また先端表面には突起物や電界液残渣が付着している。これらを除去して適当な曲率半径(約 $0.1 \mu\text{m}$)まで丸めるために短時間加熱を繰り返す。一方、日常的なフラッシング処理は電界放出動作中の吸着ガスを除いて清浄表面を再生するのが目的であり、先端曲率半径の鈍化を最小限に抑えた適切な強度設定が必要である。

電子銃に実装された陰極チップの温度測定は不可能であるが、フラッシング時の熱電子放出電流は加熱温度を決める良い尺度となる。そこで、陰極チップを連続通電して加熱温度と熱放出電流の関係を計測するため、ガラス球内に陰極チップを付けたヘアピンフィラメントと平板陽極を真空封入した Edison 球を作製して予備実験を行った。Edison 球の陰極チップと陽極間距離は実装の電界放出電子銃に等しい距離(10 mm)とし、ヘアピンフィラメントは同じ線径素材を使用した。フラッシング電源(駆動周波数 20 kHz)の高周波電流をヘアピンフィラメントに通電して陰極チップを連続加熱した。熱放出電流は陰極と陽極間に +500 V を印加して電流検出抵抗により測定し、陰極チップの加熱温度はマイクロ パイロメーター(PYRO-WERK GMBH)で測定した。図 5.2 に Edison 球を用いた連続加熱による熱放出電流と陰極温度の測定結果を示す。

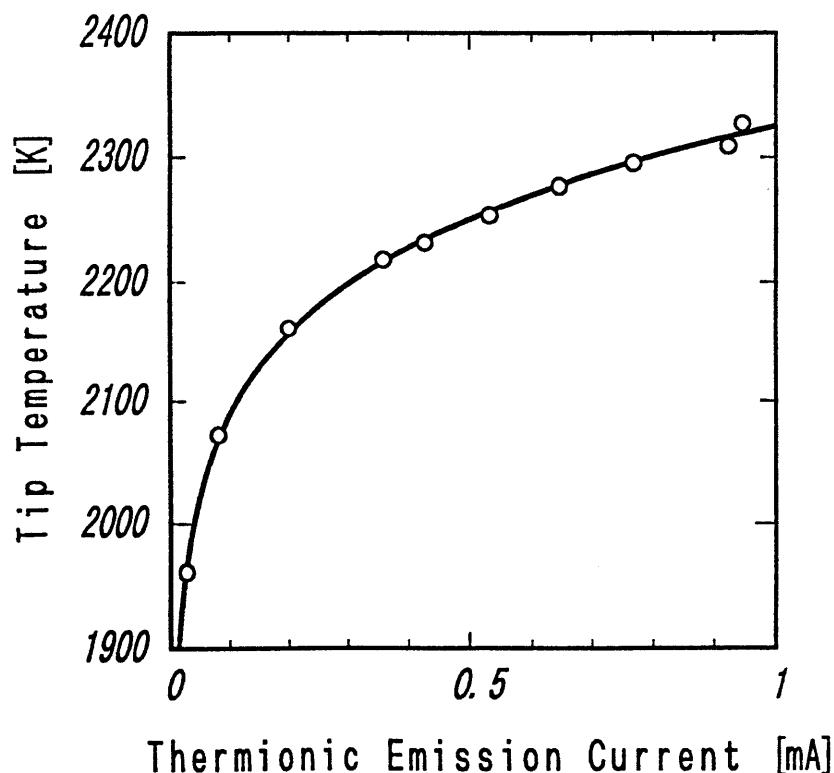


図 5.2：熱放出電流－陰極温度特性

陰極先端半径の鈍化を避けるには経験的に短時間加熱でなければならないことは知られている。そこでフラッシング電力と加熱時間を組合せたフラッシング条件の予備実験を行った。フラッシング電力は、3種類の加熱電力“Weak、Medium、Strong”を設定可能で、これをパラメータにして加熱時間を変化して熱放出電流を測定した。加熱時間の設定は遅延誤差が少ないクオーツタイマーを用いて、時間分解能1 msecの精度で可変ができる。また、短時間のパルス加熱では陰極の温度上昇に遅れがあるため熱放出電流は高速の測定が必要である。この電流測定は加熱時間のon/off制御とプログラマブルム・デジタルマルチメーター(KEITHLEY 196 SYSTYM DMM)のGP-IB機能を同期させ、電流検出抵抗の電圧をサンプリングスピード1 msecで測定し、デジタルマルチメーターのバッファメモリに保存する。このメモリデータをパソコン用コンピュータに転送し、データのまとめとグラフ化を行った。

図5.3 a) にフラッシング電力 Mediumにおいて、加熱時間に対する熱放出電流(サンプリングスピード1 msec)の経時変化を示す。また、図5.3 b) にフラッシング電力をパラメータとした加熱時間と熱電子流の最大値との関係を示す。グラフ右側の縦軸は図5.2の連続加熱実験で得られた陰極温度である。

同図a)より、フラッシング電力 Mediumでは、加熱時間0.384～0.416 secの設定によって放出電流が0.083～0.980 mA、即ち陰極温度が2060～2320 Kのフラッシングが可能となること。また、2200 K(曲線No.3)から2300 K(No.6)の加熱温度差100 Kは僅か10 msec加熱時間差であり、過度のフラッシングを回避するには加熱時間を数 msec間隔で設定及び制御する必要性のあることが明らかになった。同図b)より、フラッシング電力 Weak、Medium及びStrongにおいて、最高加熱温度2300 Kを目安とする場合、その加熱時間が0.43 sec、0.41 sec及び0.39 secがほぼ上限値であることが分かる。

経験上、最高加熱温度2300 Kを目安とするが、例えばタンガステン陰極チップ表面に主な残留ガスである一酸化炭素が吸着した場合、速度論的な平均吸着時間 $\tau (= \tau_0 \exp(E_a/RT))$ は、脱離の活性化エネルギー $E_a = 100$ kcal/mol、気体定数 $R = 8.31$ J/K・mol及び加熱温度 $T = 2300$ Kにおいて、平均吸着時間 $\tau = 0.32$ msecと小さな値となることから、その妥当性が推察される[4]。

また、フラッシング処理の適否は、フラッシング毎に第1陽極に印加する電界放出電圧 V_1 を測定して同じ電圧で放出電流に変化がなければ、最適なフラッシング処理が達成されたと判断される。従って、十分なフラッシング効果が達成されるまでに、数回から十回以上のフラッシングを繰り返すことも稀ではない。万一、過度の加熱を伴なうフラッシングによって陰極が鈍化した場合、一定の放出電流を取り出す V_1 電圧と先端半径が比例関係にあるので、 V_1 電圧の増加から鈍化の程度が判断できる[5]。

上述の予備実験に基づいて加熱温度に敏感なフラッシング条件の最適設定が可能となり、陰極チップの半径鈍化を回避した信頼性の高いフラッシングシステム開発が開発できた。

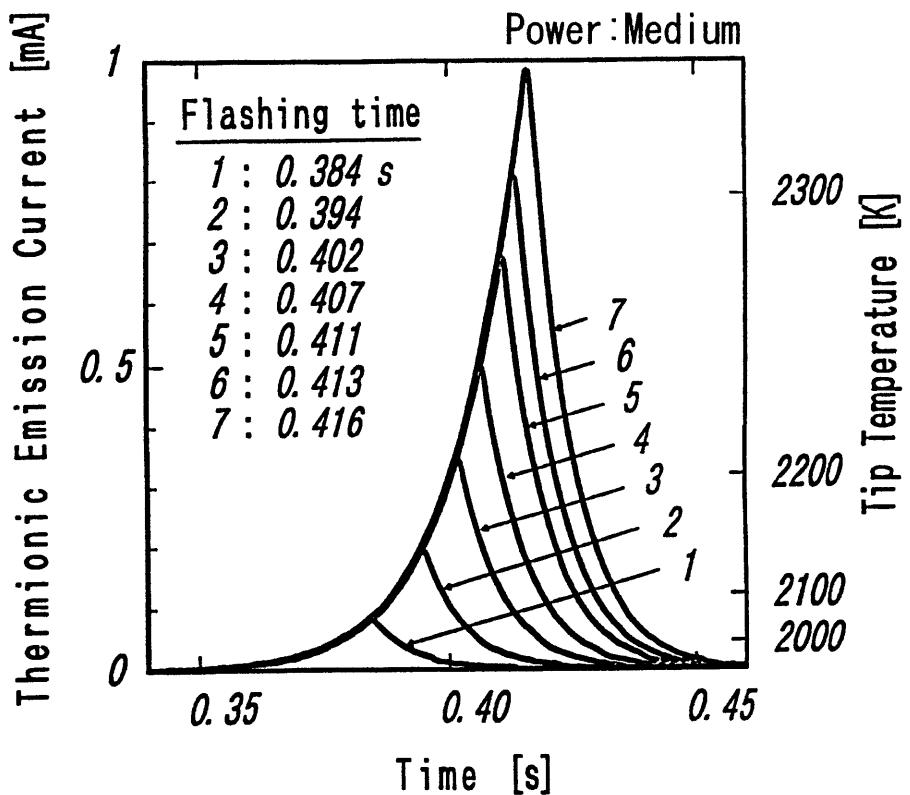


図 5.3 a) : フラッシング電力 Medium における熱放出電流の経時変化

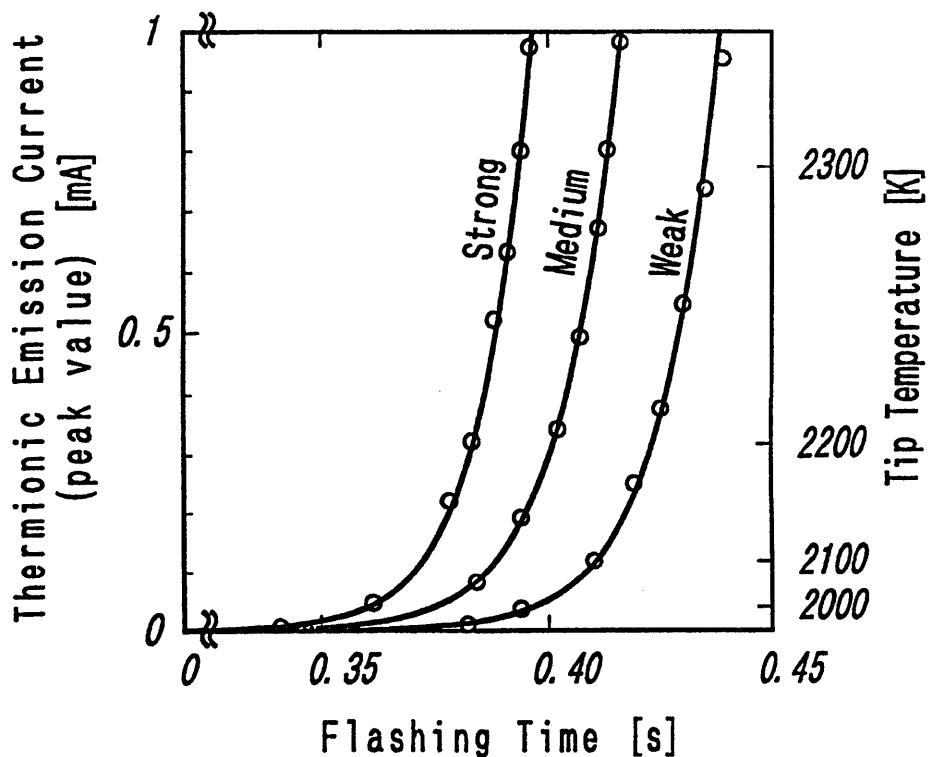


図 5.3 b) : フラッシング電力と加熱時間の組合せに対する熱放出電流と加熱温度

5.3 光伝送システムによるフラッシング

陰極チップのフラッシング処理について、光伝送システム(第2章参照)を用いた制御と監視について 図 5.4 に概略を示す。まず、加熱電力と加熱時間を設定する制御デジタル信号を Electric/Optical(E/O)変換して、鏡体アース側の送信器(TG2)から 2nd floor(第1陽極電位)側の受信器(R2)へ光伝送する。伝送された光信号を逆にO/E 変換して設定条件に従ってフラッシング回路を制御する。

一方、2nd floor 側では電流モニター回路でフラッシングによる熱放出電流を測定し、そのアナログ信号を Analog/Digital(A/D)、E/O 変換し、送信器(T2)から鏡体アース側の受信器(RG2)に光伝送する。アース側では光信号を O/E、D/A 変換した後、ピークホールド回路による熱放出電流の最大値検出と同時にデジタルマルチメーターとパーソナルコンピュータによりその過渡的変化を計測する。

電子銃実装状態の陰極チップをこの光伝送システムでフラッシング処理した例について述べる。フラッシング条件が電力 Medium、加熱時間 0.400 sec の場合、熱放出電流は約 0.37 mA の最大値が測定された。これは 図 5.2 の温度校正曲線から、陰極チップは約 2200 K に加熱されたと推察される。このフラッシング条件で清浄なチップ表面が得られたか否かは、実際に電子銃を稼動して電界放出電流の経時変化から判断できる。

図 5.5 は光伝送システムで計測した電界放出電流の ①フラッシング直後、②2.5 時間後、③5 時間後における各 30 分間の経時変化を示す。

- ① フラッシング直後、放出電流 $I_e = 20 \mu A$ となるまで第1陽極電圧 V_1 を昇圧する。ここで、 V_1 の初期値(本例は 3.00 kV)が前回の電界放出電流値と変化なければ陰極半径の鈍化はないことが分かる。放出直後から電流は急速に減少するため、図では放出電流が 10 μA 程度まで減少した時点で、 V_1 電圧を昇圧して 20 μA に再調整している。この放出電流の減少は、適切なフラッシングで清浄な陰極表面が再生されたことの証明である。即ち、陰極材料本来の低仕事関数による放出電流は大きいが、清浄表面への残留ガス吸着により仕事関数が増加して放出電流は急速に減少する。この初期減少は吸着確率の低下と共に次第に緩やかとなる。
- ② 約 2.5 時間経過後、グラフ中央で再び放出電流を 20 μA に再設定($V_1 = 3.68$ kV)している。残留ガスの吸着と脱離が平衡して放出電流は一定となっており、安定領域はフラッシング後 約 5 時間程度を持続し、放出電流の時間変化は 1 $\mu A / h$ 程度である。
- ③ フラッシング後、約 5 時間を経過すると、放出電流は微小なステップ状変動を伴なって僅かながら増加する傾向を示す。この状態で連続運転を継続すると、放出電流の直流レベルは増加し、イオン衝撃による陰極表面の微小突起によりスパイク状ノイズが発生し始める。これらは陰極破壊につながる放電の原因となるため、放出電流の変動を検出して電界放出動作を停止し、フラッシング処理により陰極チップを再度清浄化する。

以上の電界放出電流の経時変化から、本例のフラッシング条件は適切であったことが分かる。過度のフラッシングは陰極先端曲率半径の鈍化による V_1 電圧の初期値増大を招く

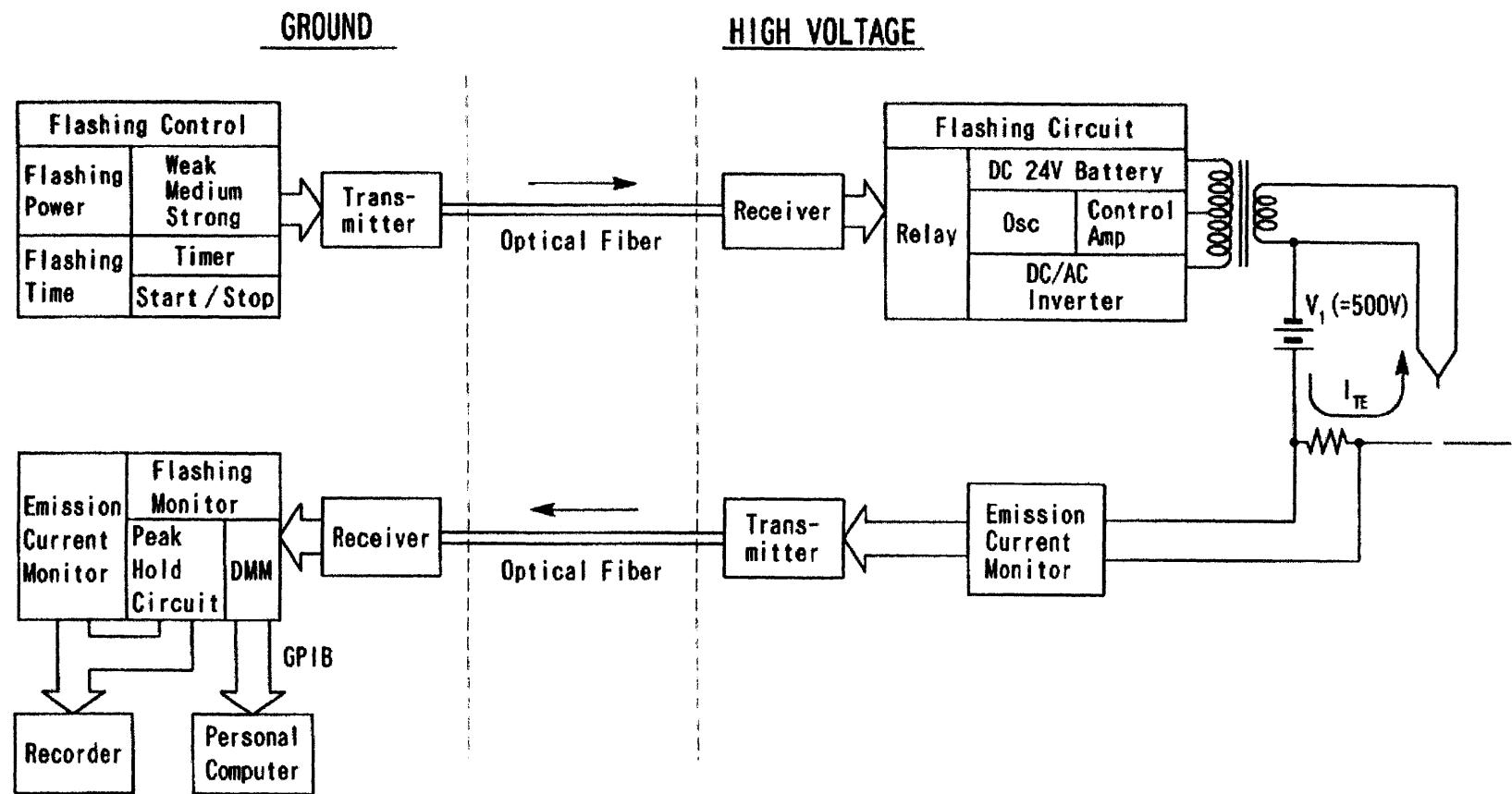


図 5.4：光伝送システムによるフラッシング制御と監視

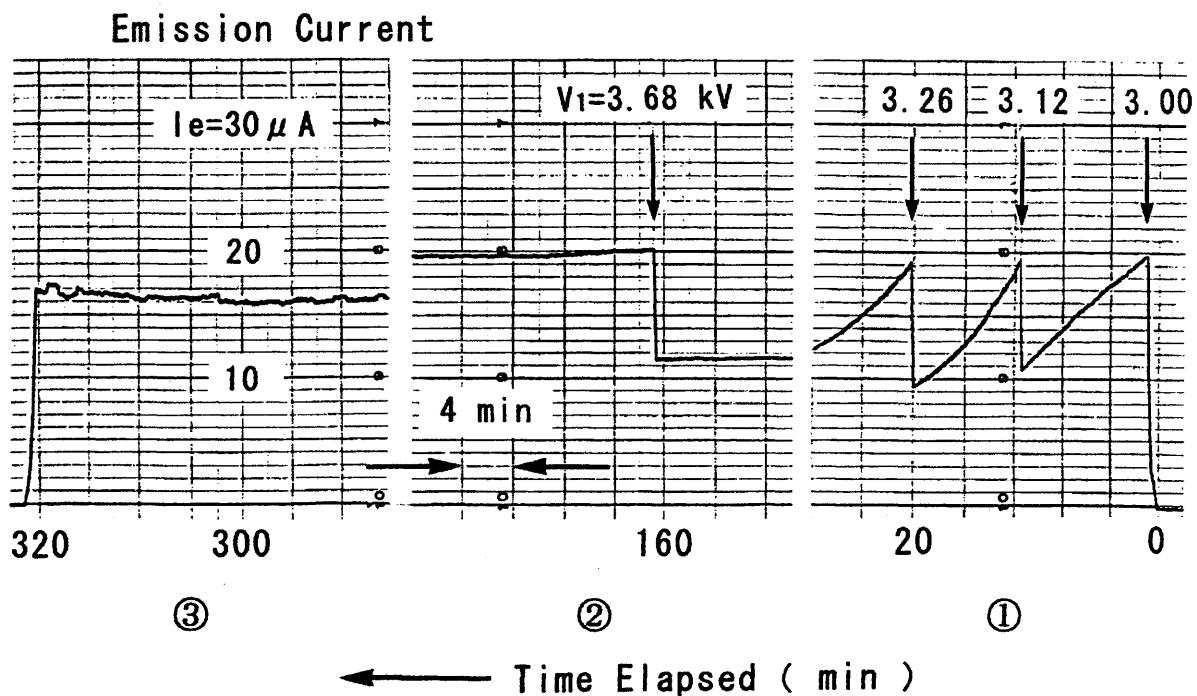


図 5.5 : 電界放出電流の経時変化

ことになる。一方、フラッシング強度の不足は清浄な陰極表面が再生されないため、経時変化の途中段階へ戻るだけで安定領域の動作時間が著しく減少する。

5.4 結言

電界放出電子銃では陰極チップのフラッシング処理による清浄表面の再生は日常的に必須であり、過電力や長時間の加熱処理はチップ寿命の短縮を招く。このため、信頼性の高いフラッシング条件の決定と、加速管頂部の電子銃制御・監視のための光伝送システムを開発した。以下に主な技術内容を示す。

- 1) 陰極チップ先端のフラッシング条件は、加熱温度 2000 K～2300 K、加熱時間の上限値 0.5 sec であれば陰極先端半径の鈍化を回避できることを見出し、正確な条件設定が可能なフラッシング回路の設計指針を得た。
- 2) 正確な陰極加熱温度を測定するために熱放出電子流を高速測定する機能を双方向光伝送システムに組み込んで、フラッシング制御と監視が可能となった。先端半径が鈍化しない適正な条件でフラッシングを実施し、清浄な陰極表面が繰り返し再生されることを確認した。
- 3) 電子銃室の超高真空条件の達成と共に、フラッシング後 約 2～5 時間にわたり放出電流 20 μ A で、電流変動 1 μ A/h の安定動作が得られた。

このフラッシングシステム開発によって電界放出電流の安定性と再現性が得られて、超高压電子顕微鏡における電界放出電子銃の実用性が確認された。

参考文献

- [1] Haine M E and Cosslett V E : *The Electron Microscope*, (E. & F. N. Spon Ltd., London), Chap. 6, p. 115 (1961)
- [2] Broers A H : *J. Sci. Instrum. (J. Phys. E)*, **2**, 273 (1969)
- [3] Swanson L W : *J. Vac. Sci. Tech.*, **12**, 1228 (1975); *J. Vac. Sci. Tech.*, **16**, 1699 (1979)
- [4] 熊谷寛夫、富永五郎、辻 泰、堀越源一：真空の物理と応用、裳華房、123 (1970)
- [5] Dyke W P, Charbonnier F M, Strayer R W, Floyd R L, Barbour J P and Trolan J K : *J. Appl. Phys.*, **31**, 790 (1960)

第6章

電界放出電子銃を装備した 超高压電子顕微鏡用加速管の電子光学特性解析

6.1 序

電界放出電子銃の光源径(約5 nm)は従来の六硼化ランタン(LaB₆)熱電子銃の光源径(約2～5 μm)に比べて1/1000と小さいため、光学収差による光源径の増大が輝度の著しい低下を生じる。しかし、電界放出電子銃を搭載した超高压電子顕微鏡の開発は初の試みで、静電レンズ作用を伴う多段加速管の電子光学特性に関する詳細な報告はない。

電界放出電子銃は3電極静電レンズを構成し、その動作条件で光源位置(クロスオーバー)が変化するため、光源位置を調整する磁界レンズ(Transfer Lens)を加速管上部に導入することが必要となる。また、加速管レンズ(AT-Lens)の像点を機械的振動や浮遊電磁場変動など外部擾乱の影響が小さい像点位置へ結像する実用的な配慮も重要である。図6.1は電子銃、磁界レンズ及び多段加速管よりなる電子光学系であり、従来の熱電子銃光学系とは異なる構成を持つ。電界放出電子銃の高輝度を維持するため、各レンズの低収差化と共に総合的な動作条件を最適化することが電子光学的な課題となる。

まず、電子光学系の基本要素である電界放出電子銃について、電子銃部の静電レンズの焦点特性と収差特性の電極形状、配置(第1、第2陽極の厚さ及びテーパ角)への依存性を確認し、後段レンズ系と関連する電子銃動作条件を決める(6.2節)。

次に、超高压電子顕微鏡用の多段加速管について、従来の熱電子銃搭載時の高電圧印加方式、すなわち各電極間に等電圧を抵抗分割で印加した場合の加速管レンズの焦点特性、収差特性を解析する。この等加速電圧型加速管では磁界レンズで如何に光源位置を調整しても、加速管レンズの光学収差が電界放出電子銃の光源径を増大させ、輝度を低下させる問題点を指摘する。その解決手段として、加速管の初段部に減速電界を形成する初段減速電圧印加方式を考案して、加速管レンズの光学収差を低減し、磁界レンズを含めた電子光学系の総合動作条件を明らかにする(6.3節)。

最後に、電子銃、磁界レンズ及び初段減速型加速管よりなる電子光学系全体として、超

高圧電子顕微鏡で通常の透過像観察条件とプローブを形成する走査透過像観察条件における電子光学的輝度を解析し、最適動作条件を決定する(6.4節)。

また、1000 kV 級の最高加速電圧までの安全な昇圧は重要な問題である。多段加速管に入射した電子線が途中の加速電極に衝突することに起因する放電を避けるため、磁界レンズを含めて加速管内の軌道解析を行い、電子光学系の操作手順を検討する(6.5節)。

図 6.1 に示す電子光学系で磁界レンズの光学特性は良く知られているが、多段加速管の静電レンズ作用、特にその光学収差については正確な情報は殆どない。また、電界放出電子銃も特定の電極形状、電極配置については比較的検討されているが、電極形状、電極配置を系統的に変化させた光学特性の解析は殆どない。以下に、電界放出電子銃及び多段加速管など静電レンズの特性解析の要点をまとめると。

初めに、静電レンズ作用を持つ空間の電極形状、電極配置と電極印加電圧に対応する境界条件で Laplace 方程式を解いて電位・電界分布を求めるが、この数値解析の手法が計算精度と関係して重要となる。その主な解法は差分法、有限要素法などの領域要素法及び電荷重畠法、表面電荷法などの境界要素法に大別される。例えば、有限要素法などは電位を解として求め、その 1 階微分である電界は電位の差分として算出する。しかし、収差係数の計算には電位の高次導関数が必要となるため、1 階微分の電界はまだしも、高次微分を差分で求めることは計算精度が著しく損なわれる。一方、表面電荷法などは電荷密度を解として求めるため、任意の点の電位、電界及び高次導関数は電荷密度から算出されるので高い計算精度が保証される。本論文では、電極の形状、配置など幾何学的な寸法比が大きく異なる条件下でも境界条件を忠実に取り扱えて、高次導関数まで精度良く計算できる表面電荷法 [1, 2, 3] によりレンズ空間の電位・電界分布を数値解析した。

次に、電子の振る舞いはこの電界分布内で Lorentz の運動方程式で記述される。電子軌道は運動方程式を回転対称な軸と電子軌道間の距離 r ($\ll 1$) で級数展開して得られる 2

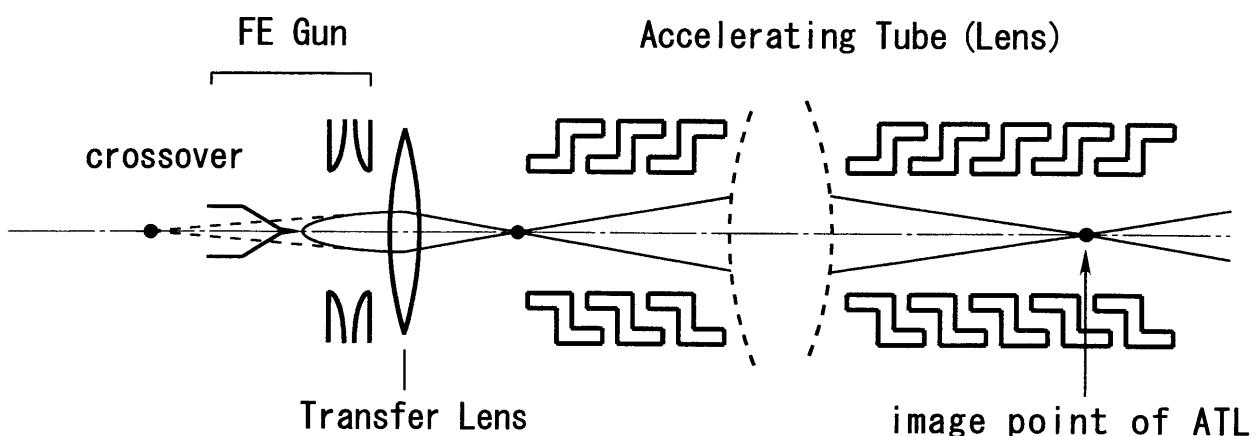


図 6.1：電子銃、磁界レンズ及び多段加速管を配置した電子光学系

階線形微分方程式として次式で与えられ、近軸軌道方程式と呼ばれる。

$$\frac{d^2r}{dz^2} + \frac{\Phi'(z)}{2\Phi} \cdot \frac{dr}{dz} + \frac{\Phi''(z)}{4\Phi} \cdot r = 0 \quad (6.1)$$

ここで、 $\Phi(z)$ は電子の初期エネルギーの電圧換算値 Φ_0 を加えた電位分布である。軌道方程式の線形性から、任意の電子軌道は式(6.1)の2つの独立解の一次結合で与えられる。

電子レンズの焦点特性を与える独立解を図6.2に示す。 $g_1(z)$ は物面側から高さ $r = 1$ で光軸に平行入射する電子軌道、 $g_2(z)$ は像面側を高さ $r = 1$ で平行出射する電子軌道を表す。これら漸近軌道から、電子レンズの物側及び像側の主面位置、焦点位置、焦点距離が求められる。

即ち、 $\lim_{z \rightarrow -\infty} g_1(z) = 1$ 、 $\lim_{z \rightarrow -\infty} g_1'(z) = 0$ を満たす軌道 $g_1(z)$ が求められると、

$\lim_{z \rightarrow +\infty} g_1(z) = -\frac{z - Z_{Fi}}{f_i}$ が成立するので、像側の焦点距離 f_i 、焦点位置 Z_{Fi} 及び主面位置 Z_{Hi} は次式で与えられる。

$$f_i = -\lim_{z \rightarrow +\infty} \frac{1}{g_1(z)} \quad (6.2)$$

$$Z_{Fi} = \lim_{z \rightarrow +\infty} \{ z + f_i \cdot g_1(z) \} \quad (6.3)$$

$$Z_{Hi} = Z_{Fi} - f_i \quad (6.4)$$

同様に、 $\lim_{z \rightarrow +\infty} g_2(z) = 1$ 、 $\lim_{z \rightarrow +\infty} g_2'(z) = 0$ を満たす軌道 $g_2(z)$ が求められると、

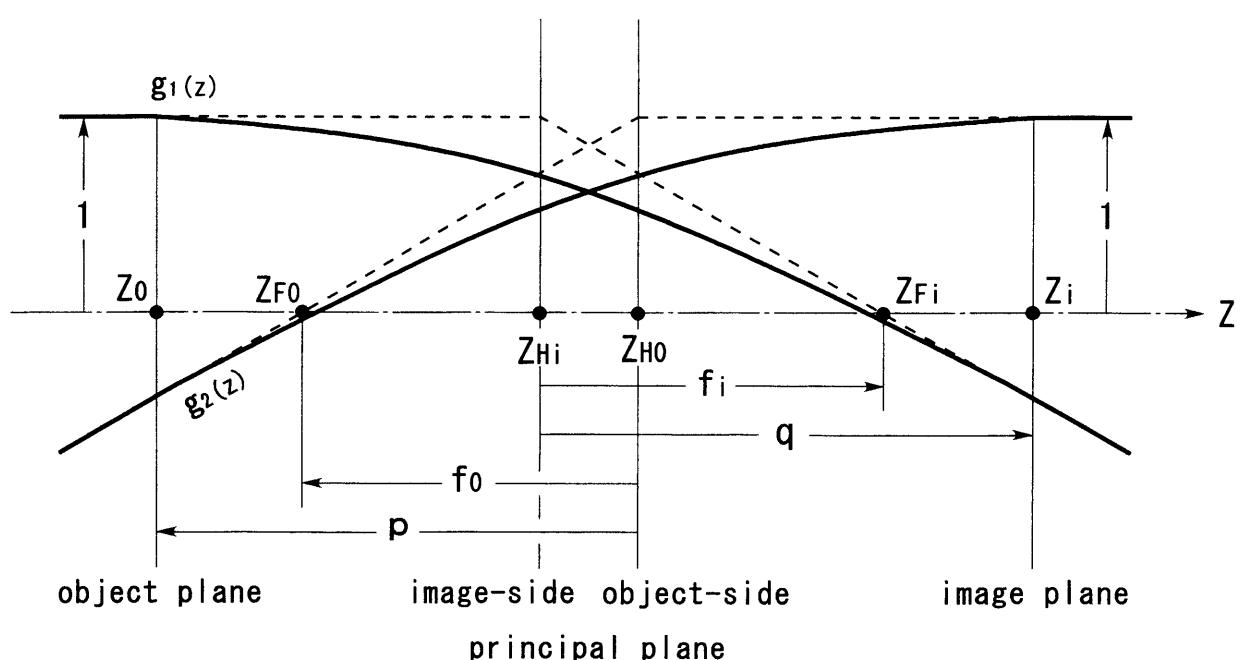


図 6.2：主面位置、焦点位置、焦点距離の位置関係

$\lim_{z \rightarrow -\infty} g_2(z) = -\frac{z - Z_{F0}}{f_0}$ が成立するので、物側の焦点距離 f_0 、焦点位置 Z_{F0} 及び主面 Z_{H0}

は次式で与えられる。

$$f_0 = -\lim_{z \rightarrow -\infty} \frac{1}{g_2'(z)} \quad (6.5)$$

$$Z_{F0} = \lim_{z \rightarrow -\infty} \{ z + f_0 \cdot g_2(z) \} \quad (6.6)$$

$$Z_{H0} = Z_{F0} - f_0 \quad (6.7)$$

また、物点位置 p と像点位置 q の関係及び倍率 M はレンズ公式 $\frac{f_0}{P} + \frac{f_i}{q} = 1$ より、次式で与えられる。

$$q = \frac{f_i}{\left[1 - \frac{f_0}{p} \right]} \quad (6.8)$$

$$M = -\frac{f_0}{p - f_0} \quad (6.9)$$

最後に、電子レンズの幾何光学収差は近軸軌道からの「ずれ」として、軸上電位と 1 階及び 2 階の微分係数、そして電子軌道 g_1, g_2 を含む収差積分により求められる。

即ち、球面収差係数 C_s の物側換算値は、倍率 M とする $1/M$ の 4 次の多項式として次式で与えられる。

$$C_s = C_{s0} + C_{s1}/M + C_{s2}/M^2 + C_{s3}/M^3 + C_{s4}/M^4 \quad (6.10)$$

ここで、 $C_{s0} \sim C_{s4}$ はレンズ固有の定数である。この式を用いれば、任意の物点、像点位置に対しても、電子軌道と収差解析を繰り返すことなく、任意の倍率 M により、直接その収差係数が求められる [4]。

各項の係数 $C_{s0} \sim C_{s4}$ は、次式で与えられる。

$$C_{s0} = \frac{f_0^4}{\sqrt{\Phi_0}} \int_{-\infty}^{\infty} [Pg_2^4 + Qg_2^3g_2' + Rg_2^2g_2'^2] dz \quad (6.11)$$

$$C_{s1} = -\frac{f_0^4}{\sqrt{\Phi_0}} \int_{-\infty}^{\infty} [4Pg_1g_2^3 + Qg_2^2(3g_1g_2' + g_1'g_2) + 2Rg_2g_2'(g_1g_2' + g_1'g_2)] dz \quad (6.12)$$

$$C_{s2} = \frac{f_0^4}{\sqrt{\Phi_0}} \int_{-\infty}^{\infty} [6Pg_1^2g_2^2 + 3Qg_1^2g_2(g_1g_2' + g_1'g_2) + R(g_1^2g_2'^2 + 4g_1g_1'g_2g_2' + g_1'^2g_2^2)] dz \quad (6.13)$$

$$+ R(g_1^2g_2'^2 + 4g_1g_1'g_2g_2' + g_1'^2g_2^2)] dz$$

$$Cs3 = - \frac{f_0^4}{\sqrt{\Phi_0}} \int_{-\infty}^{\infty} [4Pg_1^3g_2 + Qg_1^2(g_1g_2' + 3g_1'g_2) \\ + 2Rg_1g_1'(g_1g_2' + g_1'g_2)] dz \quad (6.14)$$

$$Cs4 = \frac{f_0^4}{\sqrt{\Phi_0}} \int_{-\infty}^{\infty} [Pg_1^4 + Qg_1^3g_1' + Rg_1^2g_1'^2] dz \quad (6.15)$$

但し、P、Q、R は軸上電位 $\Phi(z)$ を用いて、次式で与えられる。

$$P(z) = \frac{5}{64} \Phi^{-3/2} \Phi'''^2 - \frac{3}{128} \Phi^{-5/2} \Phi''^2 \Phi'' \quad (6.16)$$

$$Q(z) = \frac{5}{16} \Phi^{-3/2} \Phi' \Phi'' \quad (6.17)$$

$$R(z) = \frac{3}{8} \Phi^{-3/2} \Phi'^2 \quad (6.18)$$

また、色収差係数 Cc の物側換算値は、 $1/M$ の 2 次の多項式として次式で与えられる。

$$Cc = Cc0 + Cc1/M + Cc2/M^2 \quad (6.19)$$

各項の係数 $Cc0 \sim Cc2$ は、次式で与えられる。

$$Cc0 = - \sqrt{\Phi_0} f_0^2 \int_{-\infty}^{\infty} Sg_2^2 dz \quad (6.20)$$

$$Cc1 = 2\sqrt{\Phi_0} f_0^2 \int_{-\infty}^{\infty} Sg_1g_2 dz \quad (6.21)$$

$$Cc2 = - \sqrt{\Phi_0} f_0^2 \int_{-\infty}^{\infty} Sg_1^2 dz \quad (6.22)$$

但し、S は次式で与えられる。

$$S(z) = \frac{3}{8} \Phi^{-3/2} \Phi' \Phi'' \quad (6.23)$$

6.2 電界放出電子錶の焦点、収差特性解析

6.2.1 電界放出電子錶の構成

電界放出電子錶は陰極チップと第1、第2陽極からなる3電極構造を持ち、陰極チップ先端から放射状に電界放出される電子を、第1—第2陽極間の静電レンズ作用で加速・集束して電子ビームを形成する。電界放出電子源の大きさは極めて小さい(約 5 nm)ため、その輝度は静電レンズの収差による光源径の拡がりによって大きな影響を受ける。通常の円孔平板電極を用いた静電レンズでは輝度は2桁以上減少するため、特殊な曲面電極を持つ Butler 型レンズが考案された[5]。この理想形状を擬した特定の電極形状、配置を持つ静電レンズの光学特性については幾つかの報告がある[6-10]。しかし、電界放出電子錶を超高圧電子顕微鏡に適用する場合、電子錶の動作条件で多段加速管に対する物点位置、即ち像点位置が変化する。これによって多段加速管の静電レンズ作用も影響されるため、電子錶と加速管の光学特性を系統的に解析する必要がある。

図 6.3 は本装置に搭載した電界放出電子錶の概略構成を示す。第1、第2陽極(1st, 2nd Anode)には陰極チップ(FE-tip)に対して正の高電圧 V_1 , V_0 が印加される。電子光学的に陰極チップ—第1陽極($S = 10 \text{ mm}$)間は電界放出領域であり、一般には陰極チップの先端半径が $0.1 \mu\text{m}$ 程度であれば V_1 が約 3 kV から電界放出が起きる。第1—第2陽極間は静電レンズ領域であり、このレンズ作用は電圧比 $K = V_0/V_1$ で決まる。

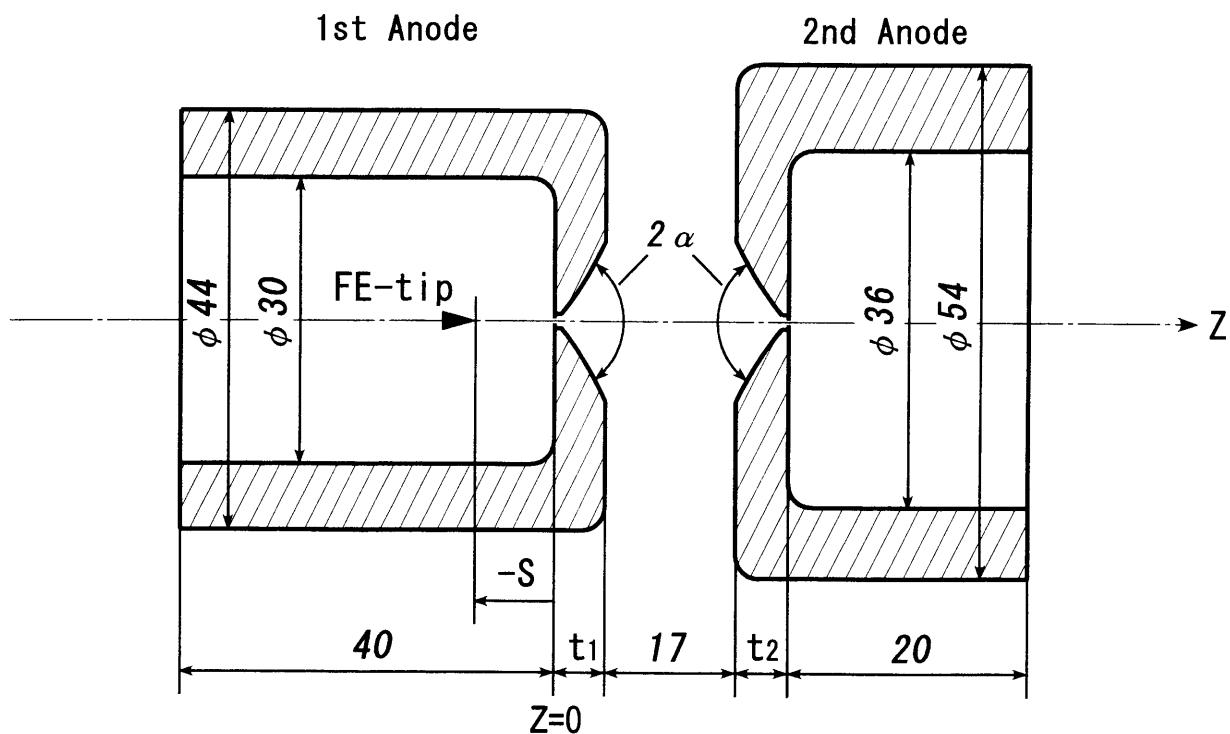


図 6.3 : 電界放出電子錶の電極形状、配置の概要

静電レンズの電極形状と配置は“Butler 型”を近似して、第1、第2陽極は左右対称で電極厚さ $t_1 = t_2 = 6.5 \text{ mm}$ 、対向面のテープ角 $2\alpha = 109^\circ$ 及び電極間距離 $L = 17 \text{ mm}$ を採用した。また、第1－第2陽極間の高圧絶縁耐圧は 50 kV が実用的な最大電圧であり、 $V_1 = 3 \text{ kV}$ の場合には電圧比 $K = 17.7$ が上限値となる。この電界放出電子銃について、電圧比 K に対して電子光学的な焦点特性と収差係数の電極形状、配置への依存性を解析した。

6.2.2 電位・電界分布の解析

電界放出電子銃の陰極半径(約 $0.1 \mu\text{m}$)から電極配置(約 10 mm 台)の広い寸法範囲でも境界条件を忠実に取り扱える表面電荷法を用いて静電レンズの焦点、収差特性を数値解析した。電位・電界分布の解析で境界条件及び計算精度で配慮した点を以下に示す。

- 1) 電子線が通る第1、第2陽極については、この穴部に挿入される固定絞り(穴径 1 mm 、厚さ 0.01 mm)やR面取りを含めて形状を忠実に境界条件として取り扱う。
- 2) 電子銃室は第2陽極電位(V_0)で囲まれる構造であるが、各陽極の両端をその電極電位に等しい面で閉じた電極形状として取り扱う。この近似による収差係数の違いは数%以下であることを予め確認した。
- 3) 表面電荷法による電極形状、配置に対する量子化誤差の影響を無視できるように、電位変化の割合が大きい領域ではより細かく分割した。
- 4) 数値計算の精度はレンズ定数間の Helmholtz-Langrange の関係式、 $f_i/f_0 = -\sqrt{\Phi_i^*/\Phi_0^*}$ で評価ができる。ここで Φ_0^* 、 Φ_i^* はそれぞれ第1、第2陽極電位の相対論補正值で、 f_0 、 f_i は物側及び像側焦点距離である。その関係式の相対誤差が 10^{-5} 以下となるように求めた。

6.2.3 焦点特性と収差係数解析

電界放出電子銃(図 6.3)の電圧比 $K (= V_0/V_1)$ に対する焦点特性と収差係数の解析結果を図 6.4 に示す。ここで、 Z_i は陰極チップから放出された電子ビームが静電レンズで結像される位置(クロスオーバー)であり、チップ位置を基準として電子線の進行方向を正で表す。また、 M は光学倍率、 C_s 、 C_c は球面収差係数、色収差係数である。収差係数はいずれも物点側への換算値であり、収差量は陰極チップからの放出角から算出される。例えば、電圧比 $K = 10$ において、クロスオーバー像位置 $Z_i = -55.2 \text{ mm}$ 、倍率 $M = 2.1$ (虚像)、 $C_s = 24.4 \text{ mm}$ 、 $C_c = 9.4 \text{ mm}$ となる。更に、 $K = 15.2$ において Z_i あるいは M が $\pm\infty$ となり、静電レンズから出た電子ビームが静電レンズから平行ビームで出射されることから、実用的な電圧比はクロスオーバー像が陰極チップ後方に結像する $K \leq 15$ となる。また、陰極チップのビーム放出(半)角 $\alpha_0 = 1 \times 10^{-2} \text{ rad}$ と仮定すれば、収差による光源の拡がり(直径)は、

$$ds = 2(1/4 C_s \alpha_0^3) = 2 \{1/4 \times (24.4 \times 10^6 \text{ nm}) \times (1 \times 10^{-2})^3\} = 12.2 \text{ nm}$$

$$dc = C_c \alpha_0 \Delta V/V = (9.4 \times 10^6 \text{ nm}) \times 1 \times 10^{-2} \times 1 \times 10^{-6} = 0.094 \text{ nm}$$

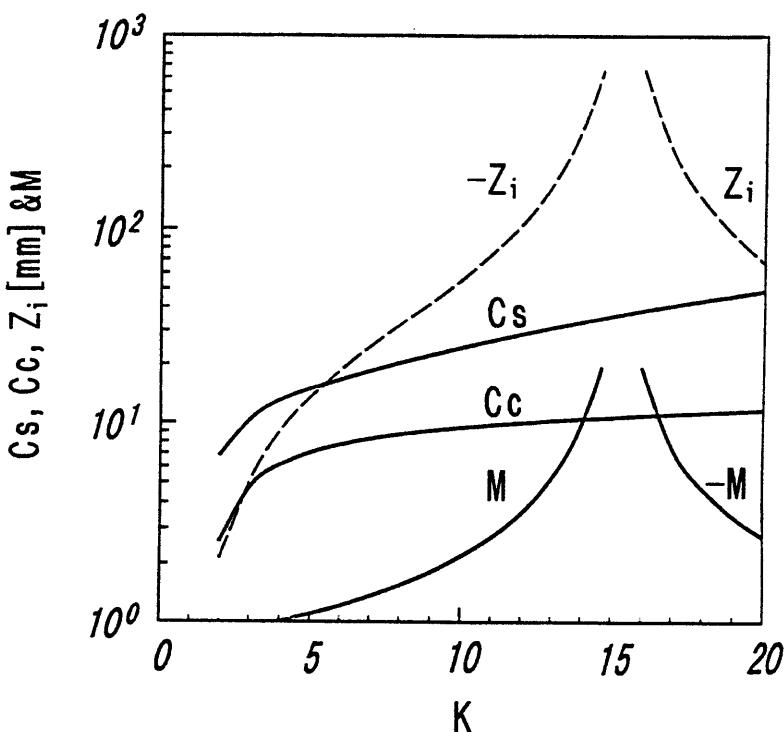


図 6.4：電圧比 $K (= V_0/V_1)$ に対する焦点特性と収差係数

となり、球面収差が支配的で光源径（約 5 nm）への影響が無視できないことが分かる。それ故、以下では主に球面収差係数 C_s の電極形状、配置への依存性について述べる。

6.2.4 電極形状、配置と収差係数

a) 陽極の厚さ t_1 、 t_2 への依存性

陰極チップと第 1 陽極間の距離 S は物点位置であり、 S によって静電レンズ作用も変化する。

図 6.5 a) は第 1 一第 2 陽極間距離 $L = 17 \text{ mm}$ と電極テーパ角 $2\alpha = 109^\circ$ を一定とし、陽極厚さを $t_1 = t_2$ の条件下で変化した場合の S に対する平行ビーム ($M = \pm\infty$) となる電圧比 K_∞ の変化、同図 b) はその収差係数 $C_{s\infty}$ (6.10 式 : C_s)、 $C_{c\infty}$ (6.19 式 : C_c) の解析結果を示す。

これから、例えば $S = -9.9 \text{ mm}$ (一定) の配置 (●印) で、異なる電極厚さに対して $C_{s\infty}$ を比較すると、同図 b) から $t_1 = t_2 = 6.5 \text{ mm}$ が最も小さい $C_{s\infty} = 33 \text{ mm}$ を与えることが分かる。しかし、これは静電レンズの異なる動作条件(電圧比)での比較であり、レンズの良否は同じ電圧比、例えば K_∞ で相互比較し判断すべきである。

即ち、本電子銃で電圧比(レンズ強度)の実用的な上限値 $K_\infty = 15$ (○印) で $C_{s\infty}$ を比較す

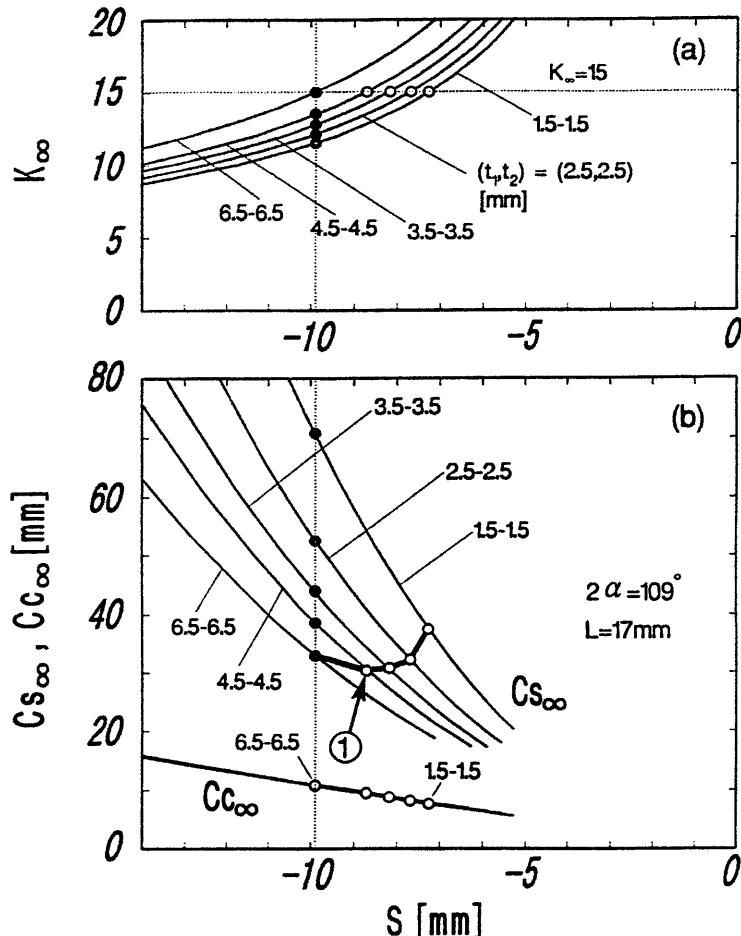


図 6.5 a)、b) : 陽極厚さへの依存性(1)

れば、 $t_1 = t_2 = 6.5$ mm から 2.5 mm の範囲で大きく変化しないが、図中①で示す $t_1 = t_2 = 4.5$ mm、 $S = -8.7$ mm の $Cs_\infty (= 30.7$ mm) が僅かに小さな値となる。以後、 $K_\infty = 15$ の条件で電極形状、配置に対して球面収差係数 Cs_∞ の優劣を比較する。

図 6.6 a)、b) に陽極厚さ t_1 、 t_2 が異なる非対称電極形状の組み合わせに関して、焦点特性と収差係数の解析結果を示す。これより、 t_1 を一定とした場合、 t_2 は小さい方が Cs_∞ が小さな値となる。最良の組み合わせは、 $t_1 > t_2$ の場合であり、②の $t_1 = 6.5$ mm、 $t_2 = 1.5$ mm のとき、 $S = -9.2$ mm とすれば、球面収差係数 $Cs_\infty = 29.2$ mm となる。

また、色収差係数 Cc_∞ の電極厚さ依存性は小さく、 $t_1 = t_2 = 6.5$ mm、①の $t_1 = t_2 = 4.5$ mm 及び ②の $t_1 = 6.5$ mm、 $t_2 = 1.5$ mm に対して、ほぼ一定の値 (= 10.8、9.5 及び 10 mm) となる。

b) テーパ角 2α への依存性

上述した最良の陽極厚さの組み合わせ $t_1 = 6.5$ mm、 $t_2 = 1.5$ mm に対して、電極テーパ角 2α への依存性を解析した。図 6.7 a) は S 対 K_∞ を表す焦点特性、同図 b) はその

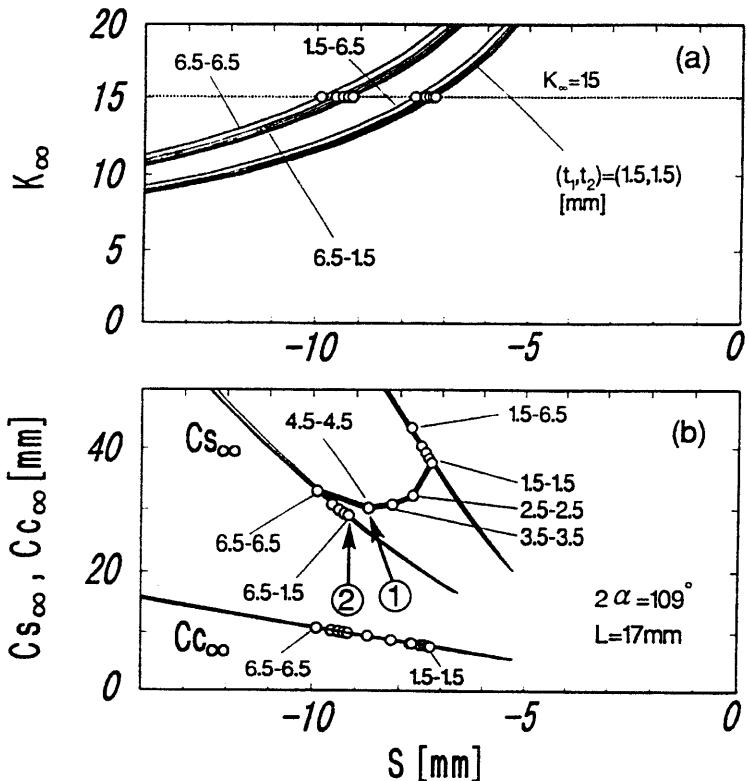


図 6.6 a)、b) : 陽極厚さへの依存性(2)

収差係数である。

これより、陰極チップ位置が等しい、例えば $S = -9.2\text{ mm}$ (●印)でテープ角 2α に対して Cs_∞ を比較すれば、同図 b) から従来使用されていて ② の $2\alpha = 109^\circ$ で $Cs_\infty (= 29.2\text{ mm})$ が最小となる。しかし、 S を変化して $K_\infty = 15$ (○印)で比較すれば、テープ角 2α によって球面収差係数 Cs_∞ はあまり変化せず、あえて言えば③ の $2\alpha = 80^\circ$ 、 $S = -7.5\text{ mm}$ で $Cs_\infty (= 25.6\text{ mm})$ が最小となり、 $Cc_\infty (= 9.3\text{ mm})$ も僅かに小さな値となる。

以上の解析結果より、電圧比 $K_\infty = 15$ において、陰極チップ – 第1陽極間距離(S)、第2陽極の厚さ(t_2)及び第1、第2陽極のテープ角(2α)を小さくし、全体のレンズ領域を物点(陰極チップ)に近づけレンズ作用を強くした電極形状($S = -7.5\text{ mm}$ 、 $t_1 = 6.5\text{ mm}$ 、 $t_2 = 1.5\text{ mm}$ 、 $2\alpha = 80^\circ$)の球面収差係数($Cs_\infty = 25.6\text{ mm}$)は、対称形状の第1、第2陽極で構成される Butler 型電極形状($S = -9.9\text{ mm}$ 、 $t_1 = t_2 = 6.5\text{ mm}$ 、 $2\alpha = 109^\circ$)の収差係数($Cs_\infty = 33\text{ mm}$)に比べて僅かに有利となる。

しかし、本章においては基本的な電子光学的特性の評価と安定な電界放出の動作実績が極めて高い Butler 型電子銃を多段加速管に装備する電子光学系について詳述する。また、総合動作特性(第7章)、今後の課題(7.3節)において、Butler 型電子銃と上述(③)の電子銃についての電子光学的輝度特性の相互評価を述べる。

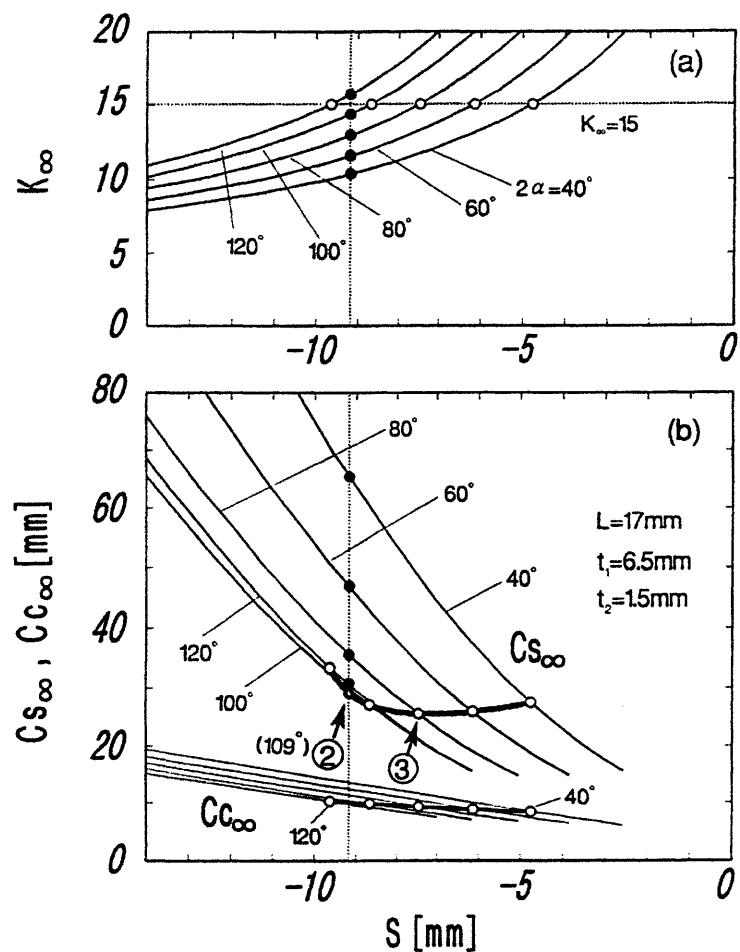


図 6.7 a)、b) : テーパ角への依存性

6.3 加速管の焦点、収差特性解析

前述した電子銃部の静電レンズ同様に、超高圧電子顕微鏡では多段加速管部のレンズ作用(加速管レンズ)の収差もまた光源輝度の低下に重大な影響を与える。本節では、加速管の各段に等しい高電圧を分配する従来の電圧印加方式による等加速型加速管の球面収差は無視できない影響をもつこと。その解決手段として、初段減速型加速管を提案し、焦点、収差特性解析から電界放出電子銃を搭載する多段加速管の最適化を述べる。

6.3.1 電極形状、配置と電位・電界分布解析

図 6.8 a) に1000 kV 電子顕微鏡用の 34 段加速管の全体電極配置及び同図 b) に継ぎ部分の電極構成とその形状の詳細を示す。この加速管レンズの電位・電界分布を求める表面電荷法及び電極形状、配置に対する取り扱いは、前節と同じである。

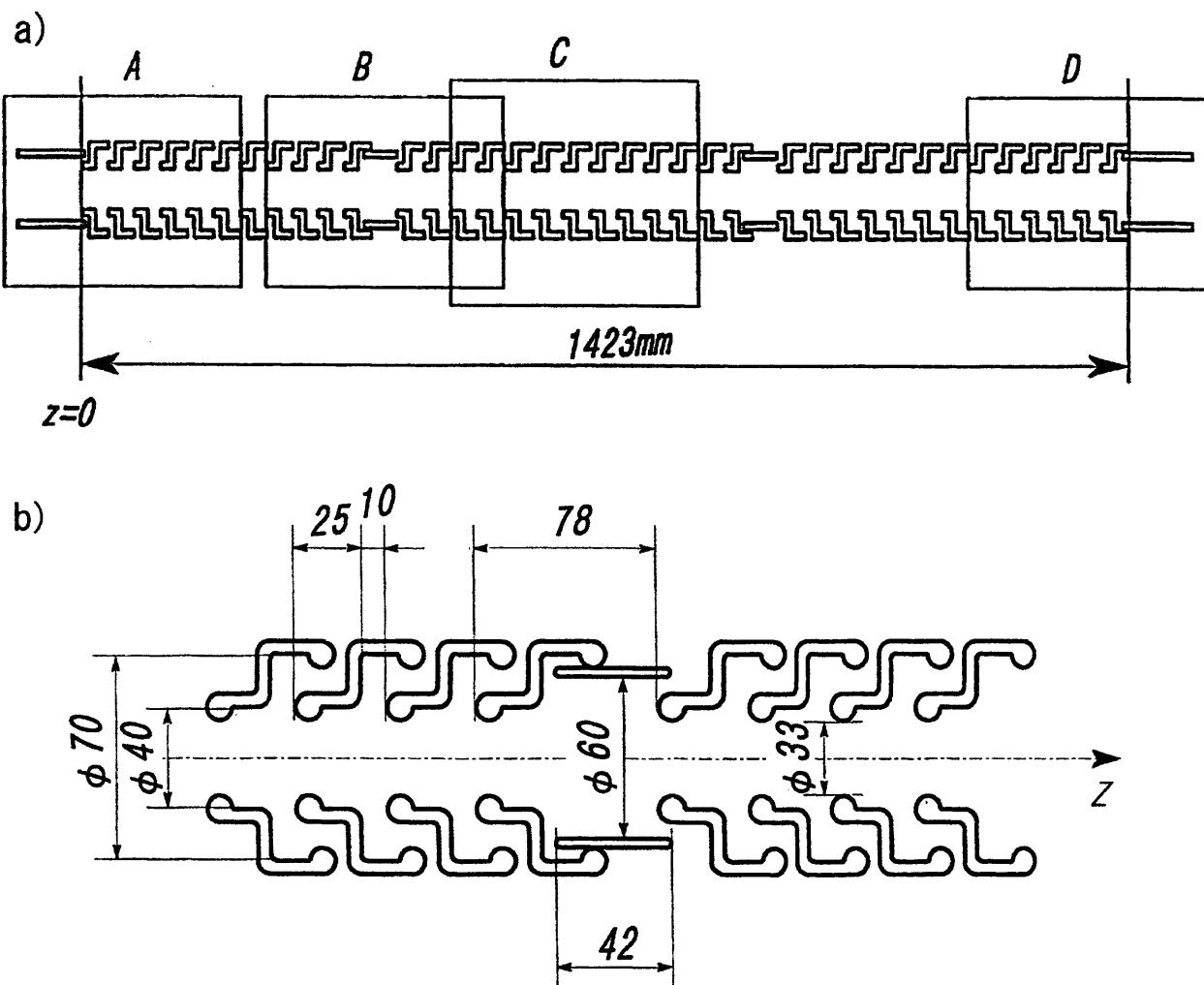


図 6.8 a)、b) : 加速管の加速電極構成及び加速管継ぎ部分 B の加速電極形状

初段電極の前端を $z = 0$ としたとき、最終電極の後端は $z = 1423$ mm であり、加速管全体は代表的な配置 A、B、C、D に区分される。区分 A は加速管の入口部、区分 B は継ぎ部、区分 C は中央部及び区分 D は出口部における電極配置である。これら区分を適宜組み合わせ、全 34 段の加速管をモデル化して、加速管レンズの電位、電界分布の数値解析を行った。軌道解析の開始及び終了位置は、加速管の初段加速電極前端を $z = 0$ としたとき、field free とみなせる $z = -80$ mm から $z = 1423$ mm までの位置で行った。また、数値計算の精度は Helmholtz-Langrange の関係式 $f_i/f_0 = -\sqrt{\Phi_i^*/\Phi_0^*}$ から評価して、相対誤差が 10^{-4} 以下で成立している。ここで f_0 、 f_i は物側、像側の焦点距離及び Φ_0^* 、 Φ_i^* は物側電位(加速管入射電圧 V_0)、像側電位(最終加速電圧 V_a)の相対論補正電位である。

6.3.2 電圧印加方式と焦点、収差特性

a) 従来の等加速型加速管

熱電子銃を用いる従来の多段加速管は、図 6.9 のように加速管への入射電圧 V_0 と最終加速電圧 V_a の電位差を抵抗分割によって、34 段の各電極に均等配分する電圧印加方式である。従って、加速管のレンズ作用は広範囲に分布し、電子線速度の小さい初段側程強いレンズ作用を持つ 34 段の静電レンズの集合(AT-Lens)である。

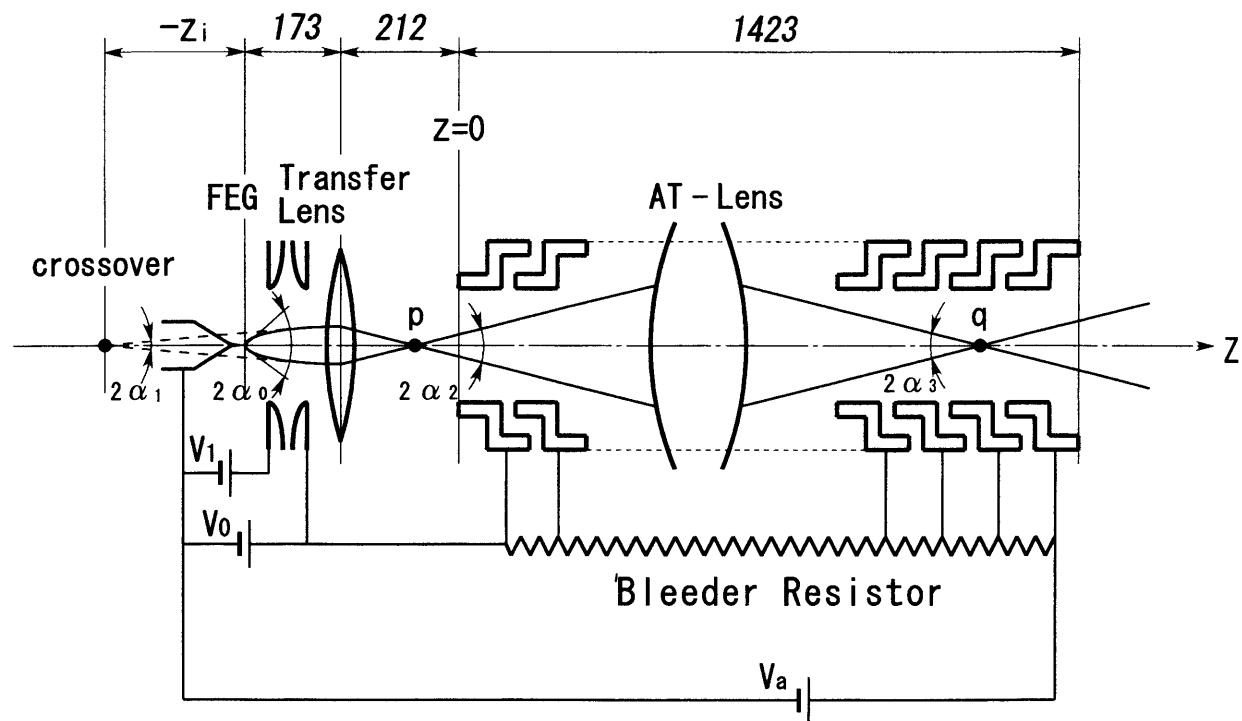


図 6.9：従来の等加速型加速管の電圧印加方式

また、電界放出電子銃と加速管との間に配置した磁界レンズは、電子銃の静電レンズ作用による光源(クロスオーバー)を加速管レンズの収差による影響を極力抑え、加速管レンズの最適な物点位置 p に結像するための Transfer Lens である。この p 位置の光源が加速管レンズ(AT-Lens)の像点位置 q に結像されて、後続の照射レンズ系への光源となる。

電界放出電子銃の光源(クロスオーバー)を q 位置に結像するためには、加速管レンズの収差解析に基づいた輝度低下のない電子光学系の条件設定が重要となる。電界放出電子銃の収差量は陰極チップからの電子放出角 α_0 から、加速管レンズの収差量は物点位置 P における電子線開き角 α_2 から算出される。これら電子線開き角 α_0 、 α_2 及び α_3 には関連があり、 α_0 の上限値を電子顕微鏡の基本動作モードに対して見積もる。

この電子顕微鏡は通常の透過像観察と縮小スポットを形成する走査像観察の基本モードを備える。各モードは必要なプローブ電流 I_p に相異があり、陰極チップの放出角電流密度 $J_{0\Omega}$ ($= 50 \mu A/sr$ と仮定) とすれば、 $I_p = \pi \alpha_0^2 J_{0\Omega}$ からそれぞれのモードに対する陰極からの放出角 α_0 が定まる。

例えば、透過像撮影時のプローブ電流 I_p は、フィルム感度 Q 、観察蛍光板面積 S 及び撮影時間 t のとき、 $I_p = QS/t$ によって表される。一般的な撮影条件では $Q = 2.7 \times 10^{-10} C/cm^2$ (FUJIフィルムFG、黒化度 $D = 1$)、 $t = 2 sec$ 、 $S = 113 cm^2$ であり、 $I_p = 15.3 nA$ となる。そこで、観察試料による吸収を考慮して、透過像観察時の $I_p = 20 nA$ と仮定すると、陰極からの放出角は $\alpha_0 = 1.13 \times 10^{-2} rad$ となる。一方、走査透過像観察において、元素分析機能に必要となるプローブ電流 $I_p = 0.5 nA$ を仮定した場合、電子放出角 $\alpha_0 = 1.78 \times 10^{-3} rad$ となり透過像観察に比べて小さな値となる。以上から、加速管レンズの収差特性解析は、収差の影響が大きい透過像撮影時の $\alpha_0 = 1.13 \times 10^{-2} rad$ で検討する。

また、加速管レンズの像点(図中の q 位置)は、以下のような実用的制約がある。

- 1) 加速管レンズの像点は加速管に続く照射レンズによって試料面上に結像される。電界放出電子銃の光源径は $5 nm$ 程度と元来小さいため、照射レンズ系による余分な縮小はプローブ電流の減少を招くため、照射レンズ系近くに結像すること。
- 2) 加速管レンズの像点に対する機械的振動の影響を回避するには、電子顕微鏡の重心位置となる加速管が据え付けられている定盤付近に結像すること。
- 3) 加速管レンズの像に対する浮遊磁場変動の影響を回避するには、磁気遮蔽効果が大きい高圧タンク内に結像すること。

これらの要因を総合的に考慮して、加速管レンズの像点位置 q は加速管中央から出口附近、即ち $1000 mm < q < 1400 mm$ の範囲内に結像することを前提条件として検討する。

図 6.10 に電子銃の電圧比が $2 \leq K \leq 8$ 、即ち第1陽極 $V_1 = 3 kV$ に対して等加速型加速管の入射電子電圧 V_0 が $6 kV \leq V_0 \leq 24 kV$ について、磁界レンズによって加速管の像点 q を調整する場合、 q に対する球面収差量を加速管レンズの物側に換算し、さらにクロスオーバー、それを光源位置に換算した球面収差量 d_{so} の解析結果を示す。

以下、本章で述べる球面収差量 d_{so} は光源径との相互比較するため、光源側換算量とする。

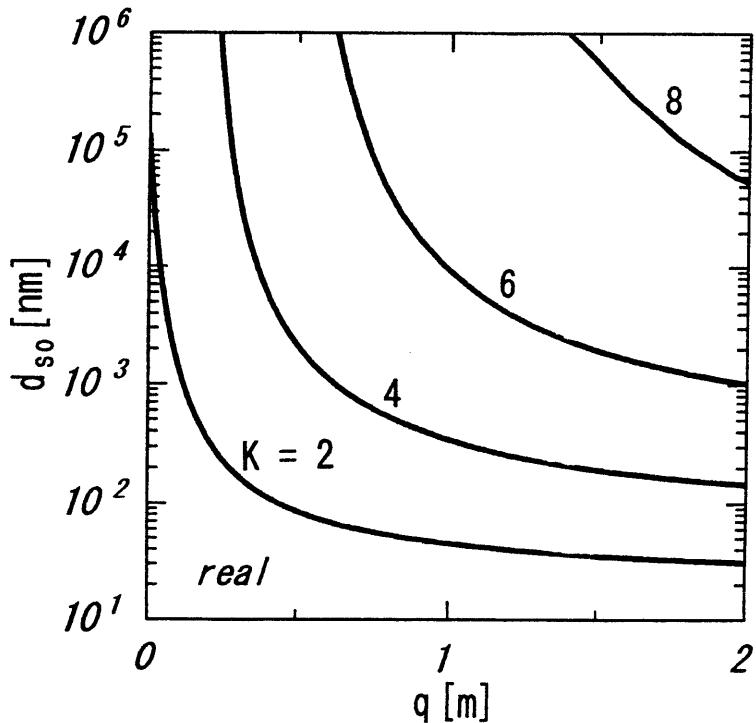


図 6.10：加速管内の像点位置 q に対する球面収差量 d_{so}

この結果より、例えば $q = 1000 \text{ mm}$ における球面収差量は、電圧比 $K = 2$ ($V_0 = 6 \text{ kV}$)において最小の $d_{so} = 45 \text{ nm}$ となり、電圧比 K と共に順次大きくなる。即ち、等加速型加速管では電界放出電子銃のどの動作条件に対しても、磁界レンズで球面収差量 $d_{so} \leq 5 \text{ nm}$ となる像点を加速管内に結像することが出来ないことが明らかとなった。

b) 初段減速型加速管による球面収差低減

多段加速管の静電レンズ作用は、電子線速度が小さい領域、即ち初段から数段の加速電極への電圧配分によって、電子光学的特性を制御できることが推察される。そこで、従来の等加速型加速管では満たされなかった球面収差量 $d_{so} \leq 5 \text{ nm}$ となる像点を加速管内 ($1000 \text{ mm} < q < 1400 \text{ mm}$) に結像するため、加速管初段への印加電圧配分を工夫して、加速管レンズ特性の最適化を検討した。

図 6.11 のように加速管の第 1 電極電位 V_0 は電界放出電子銃 (FEG) の動作条件から $V_0 = KV_1$ で決まるため、初段レンズ作用 (第 1 - 第 2 電極間) は第 2 電極電位 V_2 によって変化する。 $V_2 > V_0$ なら加速電界、 $V_2 < V_0$ なら減速電界としてレンズ作用を持つことになる。また、第 2 電極以降の加速電極への電圧印加は従来と同様に抵抗分割による等電位分配を考えて、加速管レンズ (AT-Lens) の特性解析を行う。

まず、加速管レンズの収差特性を損なわない第 2 電極の印加電圧 V_2 について検討する。その加速管レンズの収差特性を評価する場合、収差係数が倍率に依存する (6.1 節参照) た

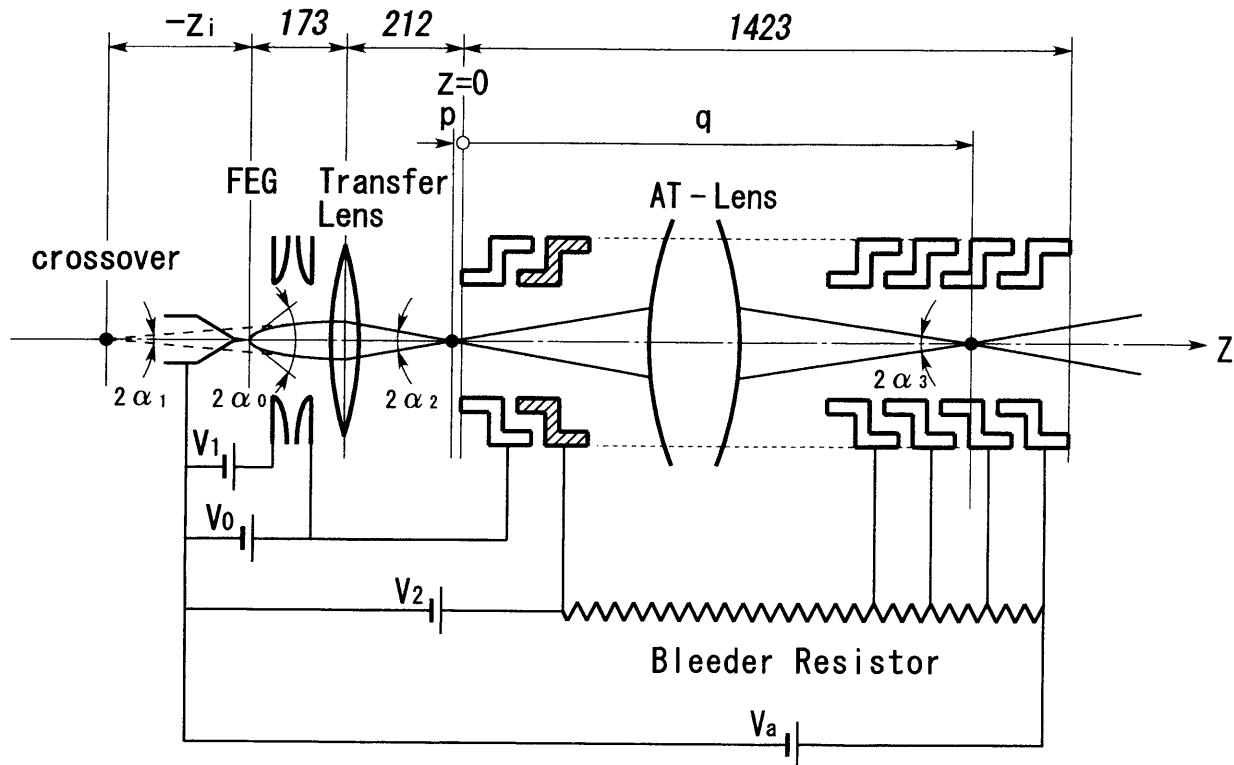


図 6.11：加速管初段への電圧印加方式（初段減速型）

め倍率が等しい条件で比較する必要がある。そこで、加速管レンズの光学倍率が無限大、即ち物点位置 p が物側焦点位置 Z_{F0} となる条件で解析を行った。

図 6.12 は加速管への入射電圧 $V_0 = 30 \text{ kV}$ (即ち、FEG の第 1 陽極電圧 $V_1 = 3 \text{ kV}$ とする電圧比 $K = 10$) 及び最終加速電圧 $V_a = 1000 \text{ kV}$ の条件における解析結果である。横軸は加速管レンズの焦点位置 Z_{F0} 、縦軸は光源位置換算した加速管レンズの球面収差量 d_{so} である。

この解析結果から、電界放出電子銃の光源径(約 5 nm)に比較して球面収差量 d_{so} が小さい条件は、 $V_2 < 13 \text{ kV}$ であることが分かる。これは $V_2 < V_0$ であり、加速管初段は減速レンズ作用を形成する。実際には、第 2 電極の印加電圧 V_2 は加速管の初段にゼンダーダイオード(Zener diode)を組み込むことで発生させる。このため第 2 電極電位(V_2)を V_z で表して初段減速電圧、この電圧印加方式による加速管を初段減速型加速管と呼ぶことにする。

以下に、初段減速型加速管が等加速型と比較して、収差量が小さくなる理由を検討する。まず、加速管レンズの物側焦点位置 Z_{F0} の大きな相異にある。等加速型加速管($V_2 \approx 60 \text{ kV}$)の $Z_{F0} = -185 \text{ mm}$ に比べて、 $V_2 (= V_z) = 5 \text{ kV}$ とする初段減速型では $Z_{F0} = -1.8 \text{ mm}$ と加速管の入口近くにある。このため、初段減速型では加速管レンズは実効的に短焦点動作となり、その球面収差係数($C_{s\infty} = 350 \text{ mm}$)は等加速型の収差係数($C_{s\infty} = 5.09 \text{ m}$)の 1/10

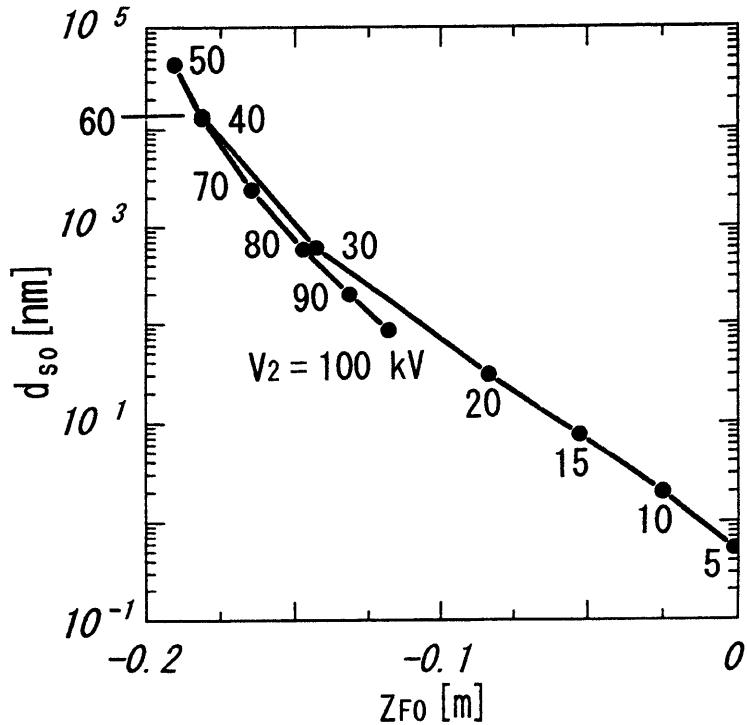


図 6.12：第 2 電極電位 V_2 による物側焦点位置 Z_{F0} と球面収差量 d_{so}
($V_0 = 30 \text{ kV}$ ($K = 10$)、 $V_a = 1000 \text{ kV}$)

以下に小さくなる。また、必要なプローブ電流 I_p を与える陰極チップからの放出角 α_0 を磁界レンズで Z_{F0} に結像する際、初段減速型では Z_{F0} が加速管に近いために加速管への入射角 α_2 が小さくなり、結果として収差量は 1/500 程度減少することになる。

上述した初段減速型加速管レンズは光学倍率が無限大一定となる、即ち物点位置 p が物側焦点位置 Z_{F0} における光学特性であるが、初段減速型加速管レンズの有効性が確認された。次に、電子光学系(図 6.11 参照)の電界放出電子銃の電圧比 K 、初段減速電圧 V_z に対する像点位置の制約条件について解析した。

図 6.13 は電圧比 $K = 10$ に対する初段減速型加速管の解析結果で、像点位置 q と球面収差量 d_{so} (光源位置換算値)の関係を示す。これより、加速管レンズの倍率を無限大として求めた光学特性は、像点位置の実用的な制約条件($1000 \text{ mm} < q < 1400 \text{ mm}$)を満たすこと。また、初段減速型加速管について、電子銃の電圧比 K を変化した場合の解析結果を図 6.14 に示す。これから、電圧比は $K \geq 8$ で $d_{so} < 5 \text{ nm}$ となり、 K が大きい方が有利であることも分る。

以上の解析結果から、超高圧電子顕微鏡に電界放出電子銃を搭載する際、電子銃の高輝度の維持と像点位置の実用的な制約条件を達成するには、多段加速管初段を減速電圧 $V_z = 5 \text{ kV}$ とする初段減速方式の有用性とその概要が明らかとなつた。

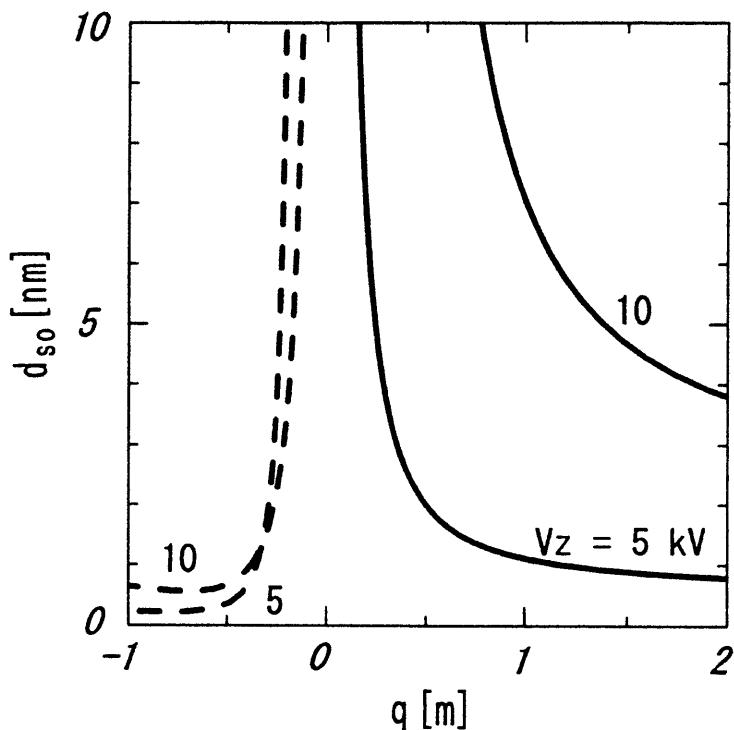


図 6.13：初段減速電圧 V_z による加速管の像点位置 q と球面収差量 d_{so}
($V_0 = 30 \text{ kV}$ ($K = 10$)、 $V_a = 1000 \text{ kV}$)

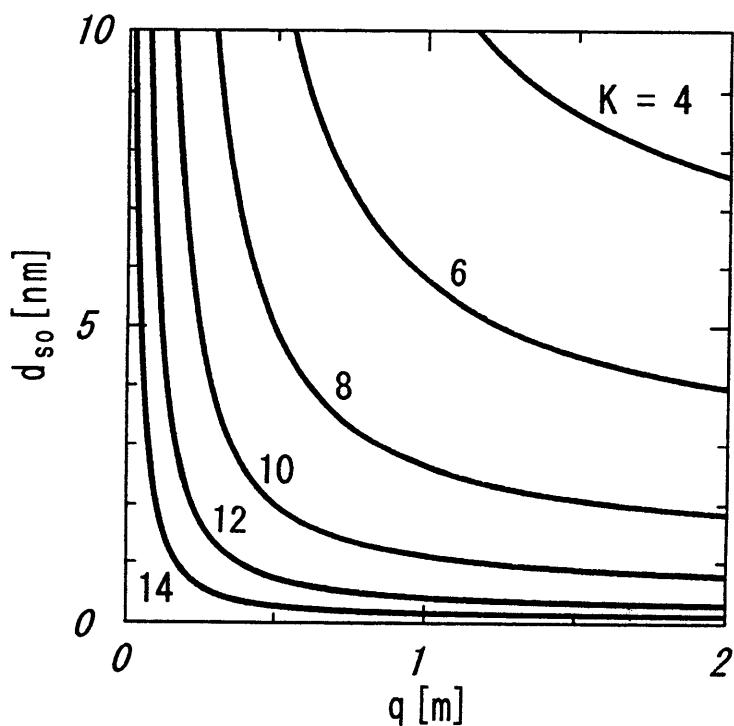


図 6.14：電界放出電子銃の電圧比 K による像点位置 q と球面収差量 d_{so}
($V_z = 5 \text{ kV}$ 、 $V_a = 1000 \text{ kV}$)

6.3.3 初段減速($V_z = 5$ kV)による超高压加速管のレンズ特性

本節では、電界放出電子銃の光学輝度を維持するため、球面収差の軽減が可能となる初段減速電圧 $V_z = 5$ kV に対する加速管レンズの焦点特性、収差特性を詳述する。

図 6.15 a)、b) に初段減速($V_z = 5$ kV)型加速管の入射電圧 $V_0 = 30$ kV($V_1 = 3$ kV のとき電圧比 $K = 10$) 及び最終加速電圧 $V_a = 1000$ kV における加速管の軸上電位、軸上電界、同図 c) に近軸軌道方程式の独立な 2 つの電子軌道、即ち物側空間から平行入射する軌道 g_1 と像側空間へに平行出射する軌道 g_2 の解析例を示す。また、図 6.16 は加速管レンズ(AT-Lens)の焦点特性と収差特性である。焦点特性(点線)は磁界レンズで結像された物点位置 p と加速管レンズによるその像点位置 q の関係を示す。また、実線は加速管レンズの球面収差係数 C_{so} 、色収差係数 C_{co} の物点位置 p による変化である。 $V_z = 5$ kV の初

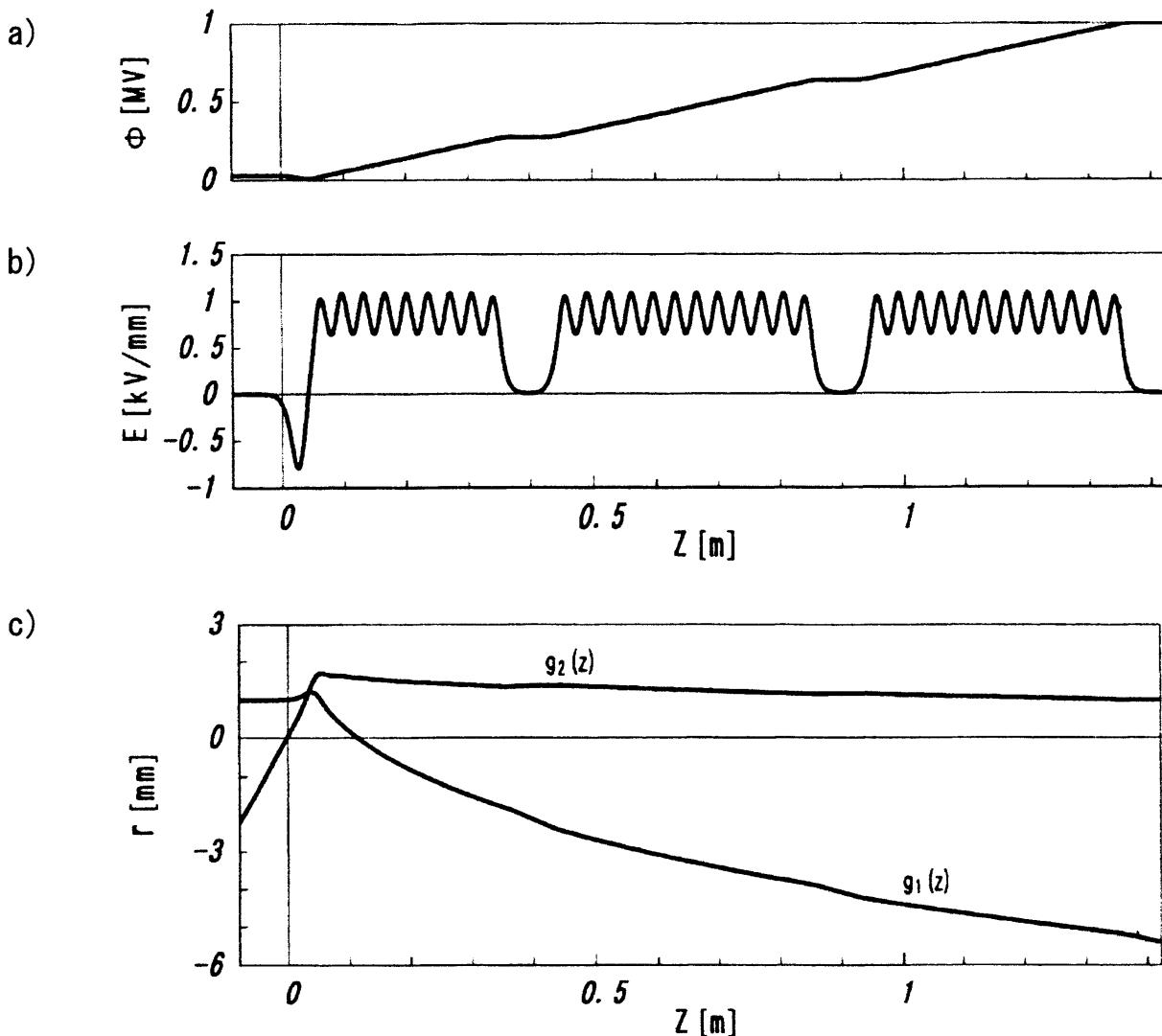


図 6.15 a), b), c) : 初段減速($V_z = 5$ kV)型加速管の軸上電位、軸上電界と近軸電子軌道 ($V_0 = 30$ kV、 $V_a = 1000$ kV)

段減速方式とすれば、像点位置 q の制約条件の付近で収差係数が極小値を持つことが分かる。

この初段減速型加速管で前述の透過像観察に必要なビーム放出角 $\alpha_0 = 1.13 \times 10^{-2}$ rad における球面収差量 d_{so} (光源位置換算値)の計算結果を 図 6.17 に示す。横軸は磁界レンズで調整した物点位置 p 及び加速管レンズによる像点位置 q を表し、同一の添字が物点と像点の位置関係を示す。これから、磁界レンズで p_1 と p_4 の間に光源(クロスオーバー)を設定すれば $d_{so} < 5$ nm となること。また、物点を $p_1 = -31$ mm と $p_2 = -2$ mm、即ち像点を $q_1 = 237$ mm と $q_2 = \infty$ の範囲内に設定すれば、像点の実用的な制約条件(1000 mm $< q < 1400$ mm)において $d_{so} < 5$ nm が実現できることが分かる。

また、電子顕微鏡はいつも最大加速電圧で使用するとは限らない。加速電圧 400 kV $\leq V_a \leq 1000$ kV に対する、加速レンズ(AT-Lens)の光学定数の解析結果を 図 6.18 に示す。これより、レンズ定数は加速電圧にほとんど依存せずに一定であり、多段加速管のレンズ作用は電子線速度の小さい初段付近で決まることが分かる。

以上の検討より、電界放出電子銃を超高压電子顕微鏡に適用する場合に従来の等加速型の電圧印加方式では電子銃の高輝度を維持できず、多段加速管の初段部に減速電界を形成することで解決できることを見い出した。この初段減速型加速管は電子顕微鏡の広範な加速電圧変化にも対応し、同時に外部擾乱に対する実用的制約も満たすことが可能である。

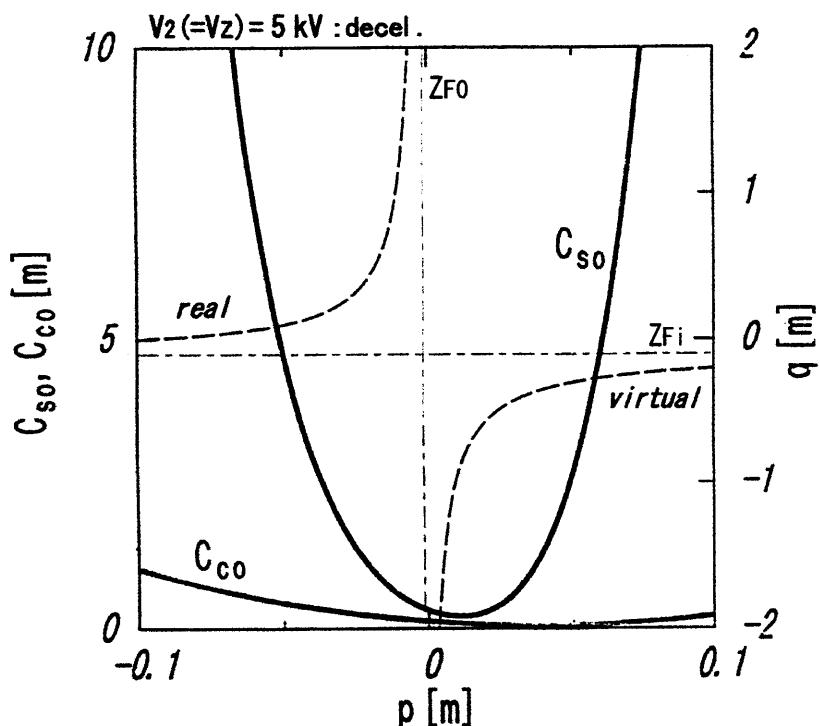


図 6.16：初段減速型($V_z = 5$ kV) 加速管の焦点特性と収差係数
($V_0 = 30$ kV、 $V_a = 1000$ kV)

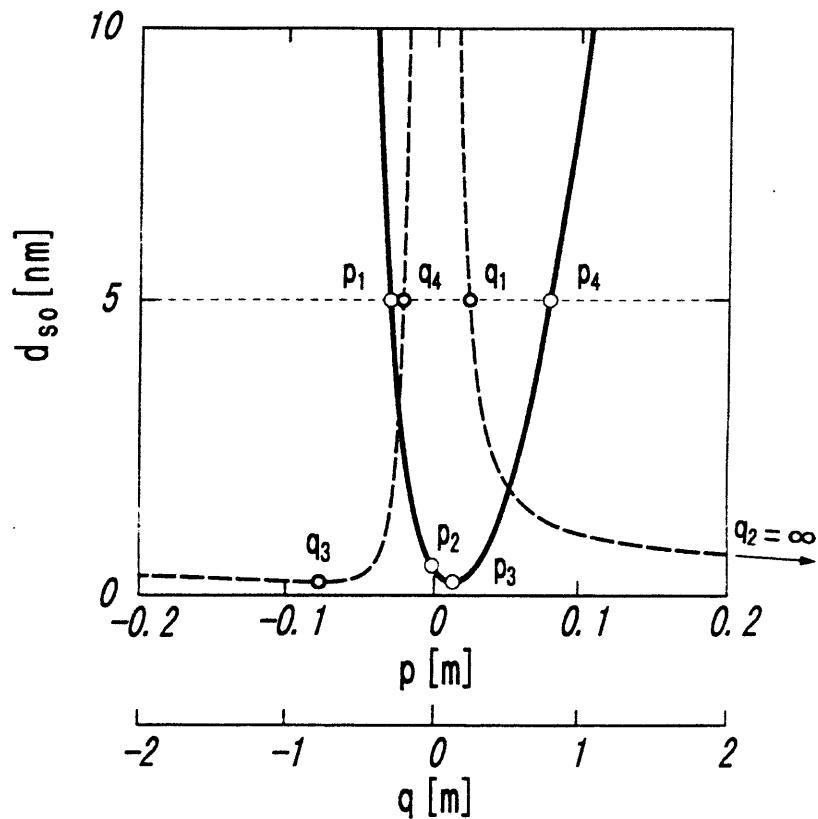


図 6.17：初段減速型加速管の球面収差量 d_{so}
($V_z = 5 \text{ kV}$ 、 $V_o = 30 \text{ kV}$ 、 $V_a = 1000 \text{ kV}$)

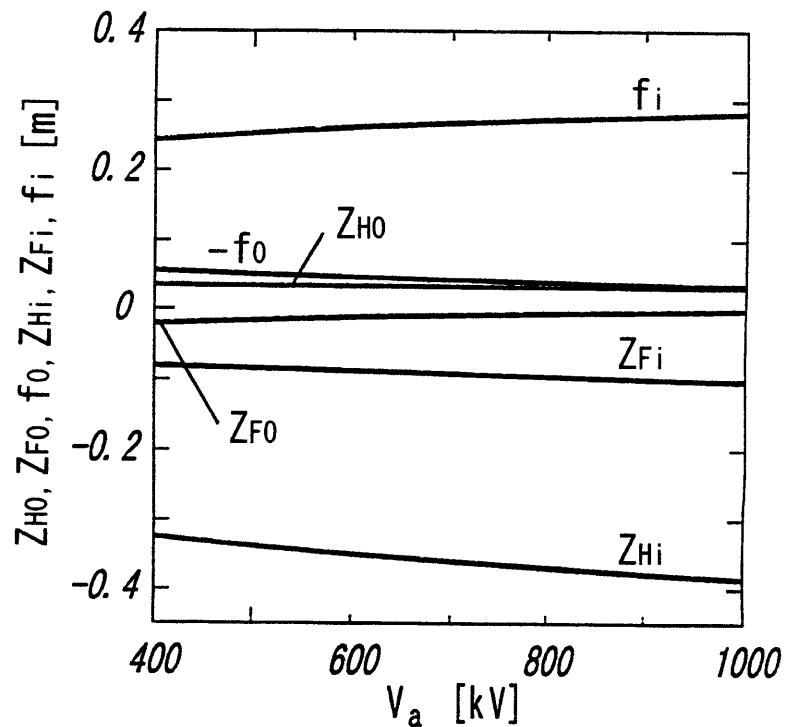


図 6.18：加速電圧 V_a による初段減速型加速管の電子光学定数
($V_z = 5 \text{ kV}$ 、 $V_o = 30 \text{ kV}$)

6.4 超高圧電子顕微鏡の輝度特性

6.4.1 電子光学系の輝度解析

初段減速型加速管方式を用いた超高圧電子顕微鏡の輝度特性を透過像観察と走査透過像観察の各モードについて評価する。また、加速管の像点位置 q に関する実用的な制約条件の影響も調べる必要がある。

始めに、電界放出電子銃、磁界レンズ及び加速管レンズにより構成される電子光学系(図 6.19)の輝度計算法を述べる。

電子光学輝度は微小面積 ΔS から、微小立体角 $\Delta \Omega$ 内に放出される電流 ΔI として定義される。電界放出電子銃では、静電レンズで形成される直径 d_1 の光源(クロスオーバー)から電子ビームの開き角 α_1 内にプローブ電流 I_p が放出されるとすれば、平均輝度 B_0 として次式で与えられる。

$$B_0 \equiv \frac{\Delta I}{\Delta S \Delta \Omega} = \frac{I_p}{\pi^2 (d_1/2)^2 \alpha_1^2} \quad (\text{A/cm}^2 \cdot \text{sr}) \quad (6.24)$$

電子光学系各部での輝度も基本的に変わりなく、電子銃、磁界レンズ及び初段減速型加速管レンズの各レンズによって結像されるスポット径($d_1 \sim d_3$)、電子線開き角($2\alpha_1 \sim 2\alpha_3$)から逐次算出することになる。その際、各スポット径の大きさは光学倍率だけでなく、光学収差によるスポット径の拡がりも考慮する必要がある。

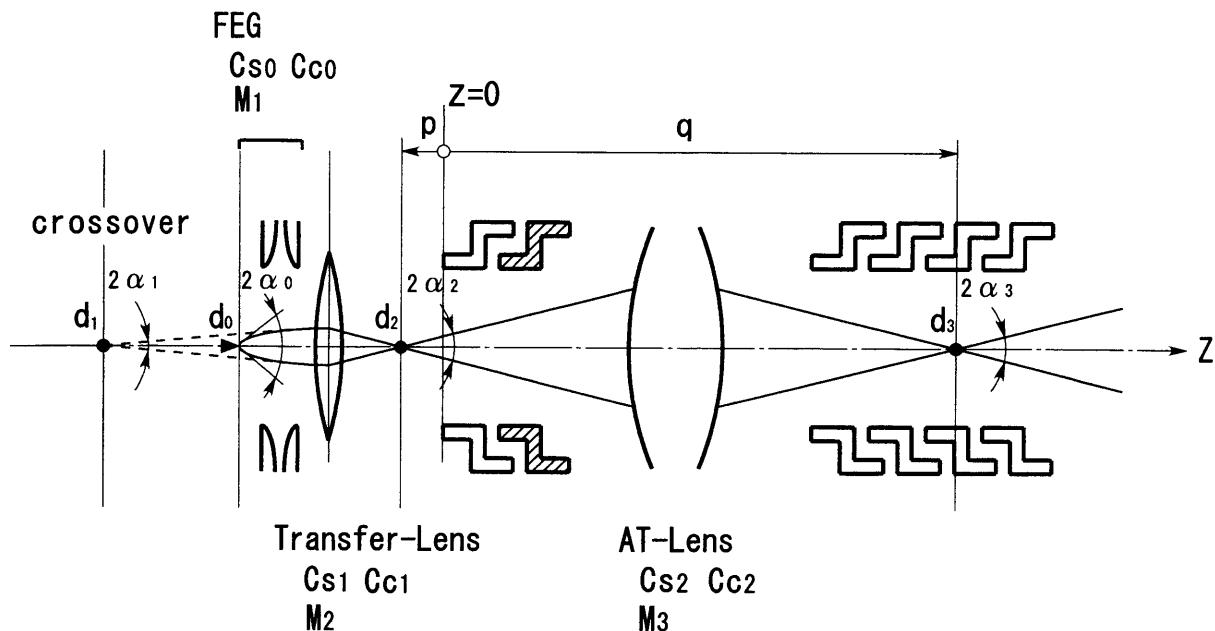


図 6.19：電界放出電子銃、磁界レンズ及び初段減速型加速管レンズによる電子光学系

電界放出陰極から出た電子線は、陰極チップー第1陽極間の電界放出領域で加速されて、次の第1ー第2陽極間の静電レンズ空間に入るが、電子光学的には電子線が陰極の曲率中心に直径 $d_0 = 5 \text{ nm}$ となる見かけ上の光源から電界放出したように取り扱われる [11]。それ故、図 6.19 のように電子銃の静電レンズ作用(電圧比 : K)でクロスオーバー径 d_1 を結像する場合、その大きさ d_1 は静電レンズの倍率 M_1 だけでなく、レンズ収差による拡がりも考慮して、次式で与えられる。

$$d_1^2 = M_1^2 (d_0^2 + d_s^2 + d_c^2)$$

$$= M_1^2 \left\{ d_0^2 + \frac{1}{4} C_{S0}^2 \alpha_0^6 + C_{C0}^2 \left(\frac{\Delta V}{V_{FG}} \right)^2 \alpha_0^2 \right\} \quad (6.25)$$

ここで、 M_1 は横倍率、 d_s 、 d_c は球面収差、色収差によって生ずる収差量を示す。また、 C_{S0} は球面収差係数、 C_{C0} と $\Delta V/V_{FG}$ は色収差係数と電圧変動率であり、各収差係数は物側換算値である。

このクロスオーバー(d_1)を磁界レンズによって加速管の物点位置に結像する場合も、スポット径 d_2 は上式と同じように、次式で与えられる。

$$d_2^2 = M_2^2 \left[d_1^2 + \frac{1}{4} C_{S1}^2 \alpha_1^6 + C_{C1}^2 \left[\left(\frac{2\Delta I}{I} \right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V_{TL}} \right)^2 \right] \alpha_1^2 \right] \quad (6.26)$$

ここで、 M_2 、 C_{S1} 、 C_{C1} は磁界レンズの横倍率、球面収差係数、色収差係数、 $2\Delta I/I$ 、 $\Delta V/V_{TL}$ は磁界レンズの電流、電圧変動率であり、開き角は $\alpha_1 = \{1/M_1(K)^{1/2}\} \alpha_0$ となる。また、磁界レンズ(穴径 20 mm、ギャップ 15 mm)の磁界分布を有限要素法によって解析した結果、軸上磁界強度分布の半減値幅が 10 mm であることが判明した。そこで、磁界レンズの球面収差や色収差係数は、同一の半減値幅を有する Glaser の鐘型磁場分布モデルにより求めた [12, 13]。

更に、初段減速型加速管レンズで像点位置 q に結像されるスポット径 d_3 は、回折収差によるスポット径の拡がりも考慮して、次式で与えられる。

$$d_3^2 = M_3^2 \left\{ d_2^2 + \frac{1}{4} C_{S2}^2 \alpha_2^6 + C_{C2}^2 \left(\frac{\Delta V}{V_{AT}} \right)^2 \alpha_2^2 + \frac{1.22^2 \lambda^2}{\alpha_2^2} \right\} \quad (6.27)$$

ここで、 M_3 、 C_{S2} 、 C_{C2} は加速管レンズの横倍率、球面収差係数、色収差係数、 $\Delta V/V_{AT}$ は加速管レンズの電圧変動率、 λ は電子線波長であり、開き角は $\alpha_2 = \alpha_1/M_2$ となる。

以上をまとめて、初段減速型加速管レンズで形成されるスポット径 d_3 は、電界放出電子銃の光源径 d_0 と放出角 α_0 によって、次式のように整理することができる。

$$d_3^2 = M_1^2 M_2^2 M_3^2 (d_0^2 + 1.22^2 \lambda^2 K \alpha_0^2)$$

$$\begin{aligned} &+ \frac{1}{4K^3 \alpha_0^6} \frac{1}{M_1^6} \left(M_2^2 M_3^2 C_{S1}^2 + \frac{M_3^2}{M_2^6} C_{S2}^2 + \frac{1}{M_2^6 M_3^6} C_{S3}^2 \right) \\ &+ \frac{1}{K \alpha_0^2} \frac{1}{M_1^2} \left[M_2^2 M_3^2 \left(\frac{\Delta V}{V_{FG}} \right)^2 C_{C1}^2 + \frac{M_3^2}{M_2^2} \left\{ \left(\frac{2 \Delta I}{I} \right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V_{TL}} \right)^2 \right\} C_{C2}^2 + \frac{1}{M_2^2 M_3^2} \left(\frac{\Delta V}{V_{AT}} \right)^2 C_{C3}^2 \right] \end{aligned} \quad (6.28)$$

この関係式を用いて初段減速電圧 $V_z = 5$ kV の場合について、超高圧電子顕微鏡の透過型及び走査透過型モードに対する光学輝度を総合的に評価をする。

6.4.2 透過型電顕機能における電子光学的輝度

透過像の撮影条件 ($\alpha_0 = 1.13 \times 10^{-2}$ rad, $I_p = 20$ nA) から、この透過型電顕機能における電子光学的輝度 B_3 について、 $V_z = 5$ kV の初段減速加速管レンズの像点位置 q 及び電界放出電子銃の電圧比 K との関係を求めた。

図 6.20 a) に電圧比 $K = 8, 10, 13$ となる初段減速型加速管の入射電圧 $V_0 = 24, 30, 39$ kV 及び加速電圧 $V_a = 1000$ kV の条件で、加速管レンズの像点位置 q に対する電子光学的輝度 B_3 を、**同図 b)** にスポット径 d_3 、開き角 α_3 を示す。

その解析結果より、電子銃の電圧比 K が一定なら、加速管レンズの球面収差量 d_{so} が無視できない加速管の前端付近 ($q = 0$ mm) を除いて、加速管レンズの像点位置 q と無関係に輝度 B_3 は同じ値が得られる。この理由は**同図 b)** に示すように、像点位置 q に比例してスポット径 d_3 が増加する一方、開き角 α_3 が反比例して減少するためである。また、例えば電圧比 $K = 10$ (入射電圧 $V_0 = 30$ kV) における加速管レンズ像点位置 $q = 1000$ mm の電子光学的輝度 $B_3 = 7.3 \times 10^8$ A/cm²sr となり、従来の LaB₆ 熱放出電子銃に比べて約 3 衍大きい値となることが明らかとなった。

図 6.21 に電圧比 K が $8 \leq K \leq 15$ (入射電子電圧 V_0 が 24 kV $\leq V_0 \leq 45$ kV) となる動作条件について、加速管レンズ像点位置 $q = 1000$ mm における電子光学的輝度 B_3 の電圧比 K への依存性の解析結果を示す。

その解析結果より、電圧比 $K = 8, 10, 13$ において、輝度 B_3 がほぼ一桁ずつ高い輝度となること。また、電圧比 $K = 13$ (入射電圧 $V_0 = 39$ kV) における電子光学的輝度 $B_3 = 6.8 \times 10^9$ A/cm²sr が最大輝度となることが明らかとなった。

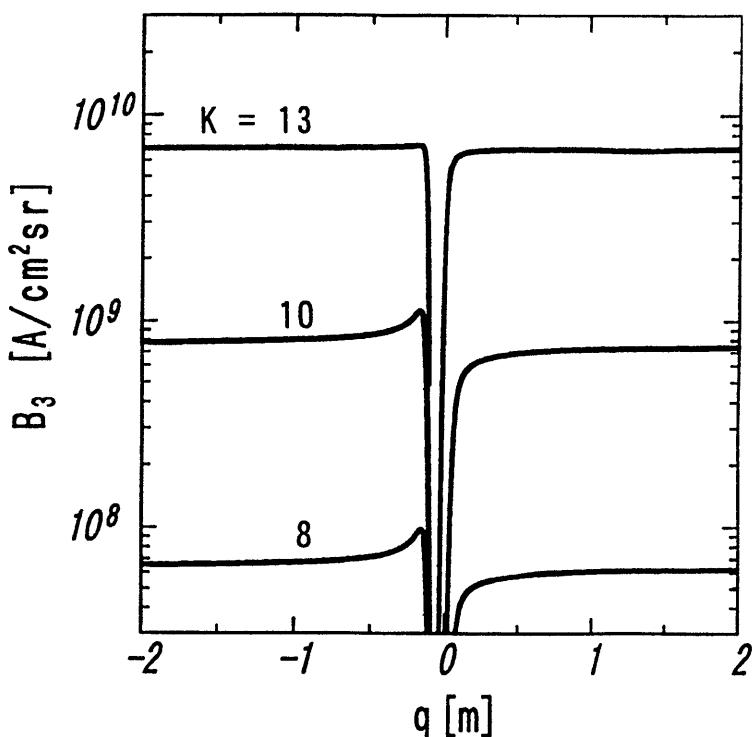


図 6.20 a) : 像点位置 q に対する電子光学的輝度 B_3
($V_z = 5$ kV、 $V_a = 1000$ kV、 $K = 8, 10, 13$)

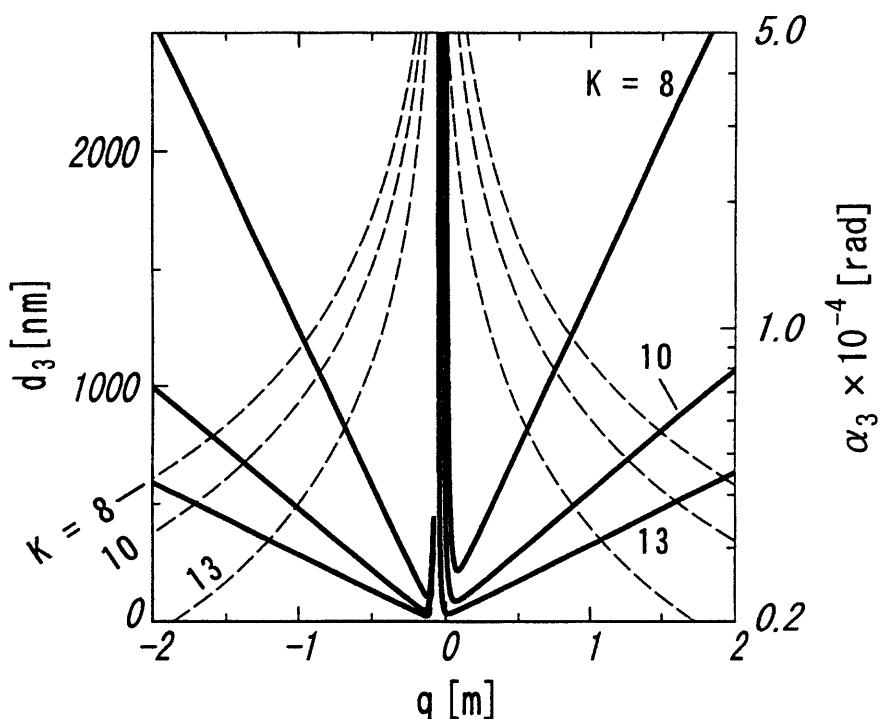


図 6.20 b) : 像点位置 q に対するスポット径 d_3 (実線) と開き角 α_3 (破線)
($V_z = 5$ kV、 $V_a = 1000$ kV、 $K = 8, 10, 13$)

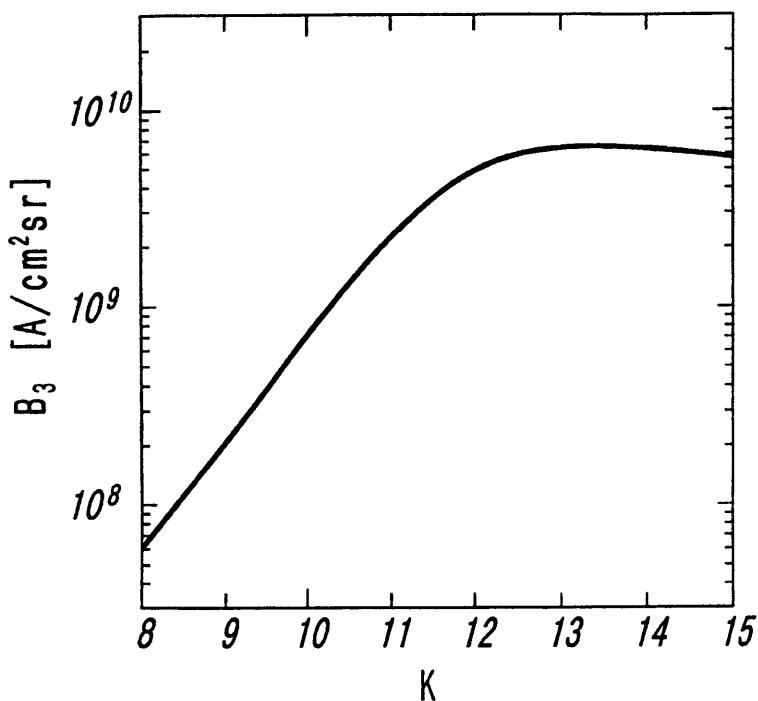


図 6.21：電子光学的輝度 B_3 (像点位置 $q = 1000$ mm) の電圧比 K への依存性
($V_z = 5$ kV、 $V_a = 1000$ kV)

6.4.3 走査透過型電顕機能における電子光学的輝度

電子光学的輝度は透過型電顕あるいは走査透過型電顕機能など、必要とするプローブ電流によって大きく左右される。例えば透過型電顕機能ではプローブ電流($I_p = 20$ nA)一定としたが、走査透過型電顕機能では試料面上にできるだけ小さなスポット径を形成すると同時に、小さなスポット径に含まれるプローブ電流が充分大きい必要がある。そこで、電圧比 K に対するプローブ電流 I_p と初段減速(電圧 $V_z = 5$ kV)加速管レンズの像点位置 $q = 1000$ mm における電子光学的輝度 B_3 との関係を求めた。

図 6.22 に電界放出電子銃の電圧比 $K = 8, 10, 13$ となる初段減速型加速管の入射電子電圧 $V_0 = 24, 30, 39$ kV 及び加速電圧 $V_a = 1000$ kV の動作条件について、プローブ電流 I_p に対する加速管レンズ像点位置 $q = 1000$ mm における電子光学的輝度 B_3 の解析結果を示す。

その解析結果より、実用的な動作条件となる電圧比 $K = 10$ において、電子光学的輝度 B_3 を損なわないプローブ電流 $I_p = 0.88$ nA とする電子光学的輝度($B_3 = 8.1 \times 10^{10}$ A/cm² sr)は、プローブ電流 $I_p = 20$ nA とする透過型電顕機能の電子光学的輝度($B_3 = 7.3 \times 10^8$ A/cm² sr)に比べて約 2 衡高い輝度で動作させることになる。また、電子エネルギー損失分光分析法などサブナノメーター領域の状態分析や元素分析に必要となる数 nA 以上のプローブ電流を実現するためには、走査透過型電顕機能の電圧比 K を 10 以上に設定する必要がある。

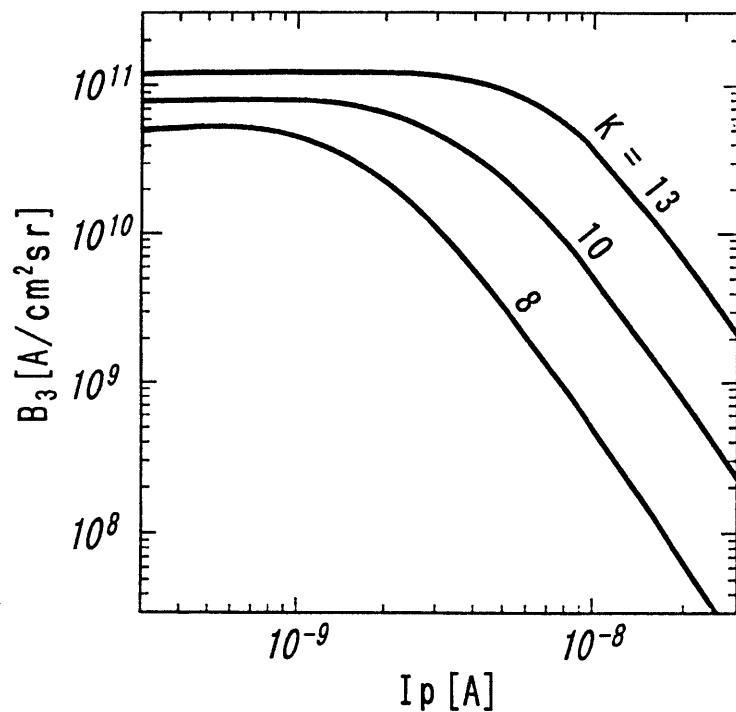


図 6.22 : 電子光学的輝度 B_3 (像点位置 $q = 1000 \text{ mm}$) のプローブ電流 I_p への依存性
 $(V_z = 5 \text{ kV}, V_a = 1000 \text{ kV}, K = 8, 10, 13,)$

ローブ電流 I_p に対しては、電子光学的輝度 B_3 が約 1 衡近く低下することが明らかとなった。更に、その解析過程において、透過型電顕機能と同様に加速管レンズ像点位置 q に比例してスポット径 d_3 が大きく、開き角 α_3 が反比例して小さな値となり、加速管内で輝度 B_3 一定となることが分かった。

6.5 光学条件の設定

本章では電界放出電子銃の高輝度を維持し、同時に実用的な制約条件を満足する初段減速型の電圧印加方式によって、加速電圧 1000 kV の電子ビームを得る光学系を精査してきた。この光学条件は電子銃(FEG)と加速管(AT-Lens)の間に静電レンズ作用と独立に調整可能な磁界レンズ(Transfer Lens)を設置して、電界放出電子銃のクロスオーバーを加速管出口付近の q 位置に結像するものである。然るに、超高压電子顕微鏡では多段加速管の電極に電子線が衝突して発生する二次電子による、加速管放電は回避すべき重要な課題である。以下に、電子軌道解析から最適光学条件への超高压電子顕微鏡の操作手順を述べる。

6.5.1 加速管内の電子軌道

電界放出陰極(FE-tip)から放出された電子線は、第1陽極の穴径 1 mm で制限される $\alpha_0 = 5 \times 10^{-2} \text{ rad}$ の最大開き角を持って、電子銃部静電レンズへ入射する。この電子線に対する軌道 $h(z)$ の加速管内での振舞いを解析した。

図 6.23 は加速管入射電圧 $V_0 = 30 \text{ kV}$ 、最終加速電圧 $V_a = 1000 \text{ kV}$ の場合について、磁界レンズの強さ(焦点距離 f)による軌道 $h(z)$ の変化である。例えば、磁界レンズを動作しない ($f = \infty$) で電界放出動作を行うと、加速管出口では $h(z) = 18 \text{ mm}$ (図中の軌道は省略)となる。即ち、予め加速電圧(V_a)と第2(V_0)、第1(V_1)陽極電圧の順で全ての設定高電圧を印加し、最後に磁界レンズで調整する手順は、電子線の加速電極(内径 33 mm)への衝突による放電を発生する原因となる。また、 $f = 109.5 \text{ mm}$ のように加速管内で電子線が光軸近傍で平行軌道となる条件があることも分かる。

一方、加速管レンズの球面収差量 $d_{SO} \leq 5 \text{ nm}$ となる 図 6.17 の初段減速電圧 $V_z = 5 \text{ kV}$ の $p_1 \sim p_4$ に対する軌道 $h(z)$ を 図 6.24 に示した。いずれの軌道も加速管出口における拡がりは 3 mm 以下 (h_4 が最大 2.7 mm) である。加速管の像点に対する条件は p_1 と p_2 の間で達成されるため、 V_1 電圧印加あるいは電界放出動作する以前に磁界レンズの強度をこの範囲で調整すれば、加速電極への電子衝突は起こらないことが分かる。

6.5.2 電子光学系の操作手順

上述の解析から、図 6.11 の超高压電子顕微鏡用加速管に電界放出電子銃を装備した電子光学系において、加速管内で電子線を電極に衝突しないで、最適光学条件を設定する操作手順は以下のようになる。

- 1) 最初に、稼動加速電圧 V_a を設定する。
- 2) 第2陽極電圧 V_0 を印加し、電圧比 $K (\geq 10)$ を設定する。
- 3) 磁界レンズを電子線が加速管の光軸近傍で平行出射する励磁電流に設定する。
- 4) 第1陽極電圧 V_1 を印加し、所望の放出電流を得る。
- 5) 最後に、磁界レンズを調整し、加速管内の像点位置となる最適条件に設定する。

また、初段減速型加速管では 図 6.18 から $400 \text{ kV} \leq V_a \leq 1000 \text{ kV}$ では加速管レンズの特性はほとんど変化しないため、通常の稼動加速電圧範囲に適用できる。

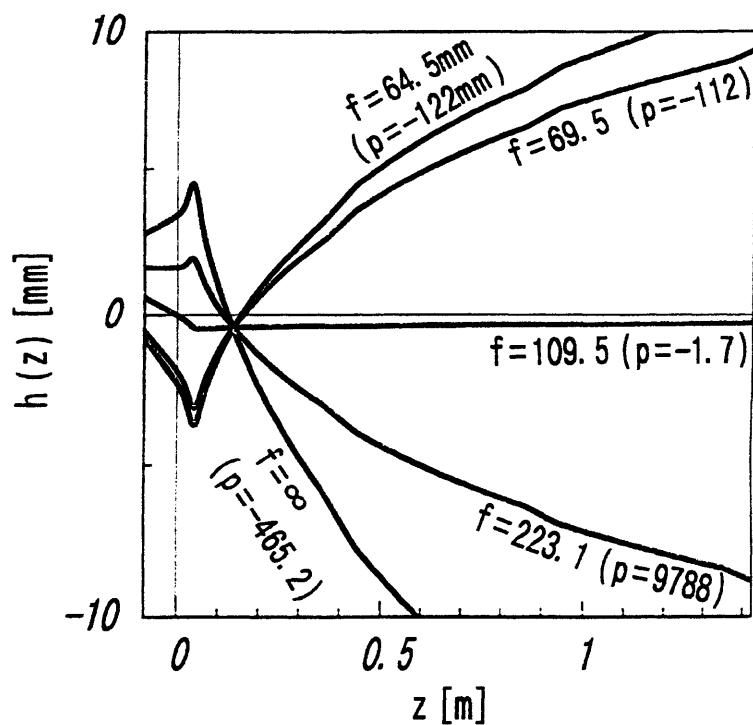


図 6.23：加速管出口の電子軌道 $h(z) \geq 10 \text{ mm}$ となる加速管内の電子軌道
 $(V_0 = 30 \text{ kV} (K = 10)、V_a = 1000 \text{ kV})$

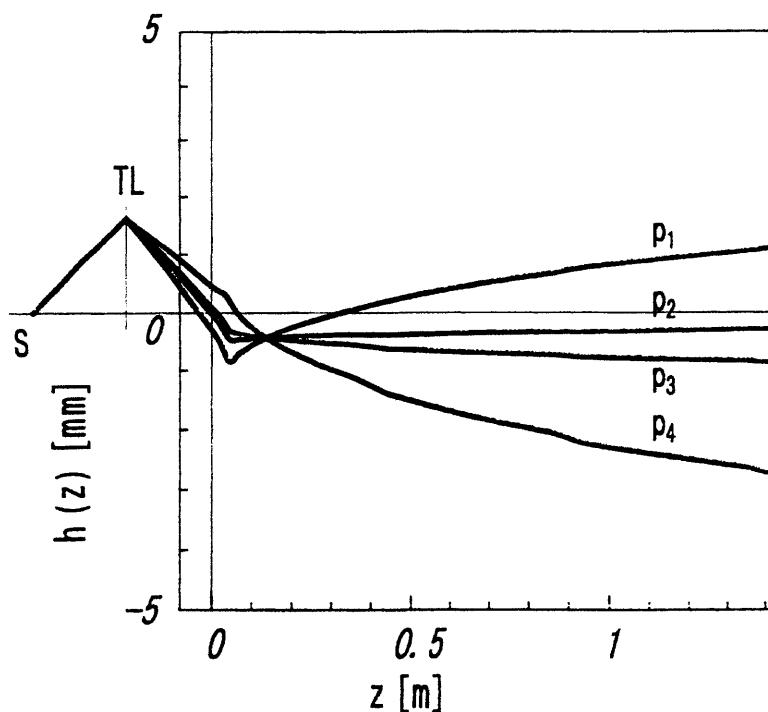


図 6.24：球面収差量 $d_{so} \leq 5 \text{ nm}$ となる加速管内の電子軌道
 $(V_0 = 30 \text{ kV} (K = 10)、V_a = 1000 \text{ kV})$

6.6 結言

1000 kV 級の超高圧電子顕微鏡に電界放出電子銃を搭載した前例はなく、この電子銃の点光源性に由来する高輝度を維持するため、光学収差が大きいと推察される電子銃部及び多段加速管部の静電レンズ作用の最適化を検討した。また、超高圧電子顕微鏡自体の実用的な制約条件も考慮して、外部擾乱の影響を最小限に抑える電子光学系の動作条件を策定する必要があった。

6.1節では、電界放出電子銃を装備する超高圧電子顕微鏡の照射系部の基本構成を説明し、電子銃と多段加速管の静電レンズ特性の解析法と注意事項を述べた。

6.2節では、電界放出電子銃用に開発された Butler 型静電レンズの第1、第2陽極電圧比 $K (= V_0/V_1)$ に対する焦点、収差特性を解析し、種々の形状、配置への依存性を検討した。

その結果、電圧比 $K = 15.2$ においてクロスオーバー像位置 Z_i あるいは倍率 M が $\pm\infty$ となり、静電レンズから出た電子ビームが静電レンズから平行ビームで出射されることが明らかになった(図 6.4)。また、収差係数は倍率に依存するため倍率が等しい条件で比較する必要があり、一般的にレンズの良否は $M = \pm\infty$ で比較することが有用である。例えば電圧比 $K_\infty = 15$ において、陰極チップ - 第1陽極間距離(S)、第2陽極の厚さ(t_2)及び第1、第2陽極のテーパ角(2α)を小さくし、全体のレンズ領域を物点(陰極チップ)に近づけレンズ作用を強くした電極形状($S = -7.5$ mm, $t_1 = 6.5$ mm, $t_2 = 1.5$ mm, $2\alpha = 80^\circ$)の球面収差係数($C_{s\infty} = 25.6$ mm)は、対称形状の第1、第2陽極で構成される Butler 型電極形状($S = -9.9$ mm, $t_1 = t_2 = 6.5$ mm, $2\alpha = 109^\circ$)の収差係数($C_{s\infty} = 33$ mm)に比べて僅かに有利となることを見出した(図 6.7)。

6.3節では、超高圧電子顕微鏡の34段加速管(図 6.8)の静電レンズ作用を解析した。超高圧電子顕微鏡の光学系(図 6.1)では主として外部振動によるスポット振れを抑制するため顕微鏡の重心付近に加速管レンズの像点を結像する必要がある。このため電界放出電子銃、加速管レンズ及びその間に磁界レンズを配置した電子光学系について、総合的な光学特性を評価しなければならない。特性解析は、1)電界放出電子銃の光源径と比較して加速管レンズの球面収差量 d_{so} が小さく(≤ 5 nm)、2)電子顕微鏡で大きなプローブ電流 I_p ($= 20$ nA)を必要とする透過像観察モード(電子銃光源の開き角 $\alpha_0 = 1.13 \times 10^{-2}$ rad)で d_{so} を算定して、3)加速管レンズの実用的な結像位置(1000 mm $< q < 1400$ mm)に対する制約を満たすことを前提条件とした。

6.3.2節では、まず、熱電子銃を用いた超高圧電子顕微鏡の高電圧印加方式、即ち加速管の各段に均等に電圧を配分する等加速型加速管を検討した。この等加速型では上述の前提条件を全て満足する動作方法が得られなかった。例えば、像点位置 q で球面収差量が最小となる電圧比 $K = 2$ でも $d_{so} \sim 50$ nm となり、輝度は2桁も減少することが明らかになった(図 6.10)。

この解決手段を探すため、加速管のレンズ作用が最大である初段部、実際には第1電極電圧 V_0 は電子銃の電圧比 $K (= V_0/V_1)$ で決まることから、第2電極電位 V_2 を変化して加速管レンズ(AT-Lens)の特性を解析した(図 6.11)。また、電子銃のレンズ特性評価(6.2節)と同様に、レンズの良否を倍率 $M = \pm\infty$ で比較するため、加速管レンズの倍率が無限大、即ち物点位置 p が物側焦点位置 Z_{F0} となる条件で解析を行った。

その結果、従来の等加速型に対応する $V_2 = 58.5$ kV 付近では収差量 d_{so} が最大となり、 V_2 を小さくすると共に加速管レンズは強いレンズ作用を持ち、物側焦点位置 Z_{F0} が加速管入口($z = 0$)に近づき収差量も大幅に改善されることを見出した(図 6.12)。この新しい加速管の電圧印加方法、即ち第2電極電位を $V_2 (= V_z) < 10$ kV とする初段減速型加速管によって全ての前提条件が満たされ(図 6.13)、同時に電界放出電子銃の電圧比 K は大きい方が初段減速作用が強く望ましいことが明らかになった(図 6.14)。

6.3.3節では、加速管の段間耐電圧を考慮して減速作用が最大となる $V_z = 5$ kV に対して加速管レンズの焦点特性、収差特性解析を行い(図 6.16)、磁界レンズで加速管レンズの実用的な像点位置 q を調整する際の球面収差量 d_{so} を求めた(図 6.17)。また、超高压電子顕微鏡の加速電圧を 400 kV $\leq V_a \leq 1000$ kV で変化しても、レンズ特性はほとんど変化がなく(図 6.18)、初段減速方式の有用性が確認された。

6.4節では、透過型電顕機能及び走査透過型電顕機能における電子光学的輝度を解析し、電界放出電子銃、初段減速型($V_z = 5$ kV) 加速管及びその間に磁界レンズを配置した電子光学系の総合的な電子光学的特性を評価した。

6.4.2節では、明るい透過像観察に必要なプローブ電流 $I_p = 20$ nA を得る場合に対して、電子銃部の静電レンズ電圧比 K 及び初段減速型加速管の像点位置 q に対する電子光学的輝度 B_3 を解析した。その際、像点位置 q に対する制約条件(1000 mm $< q < 1400$ mm)を考慮した実用上の電子光学的輝度を求めた。

その結果、例えば電圧比 $K = 10$ (即ち、加速管の入射電子電圧 $V_0 = 30$ kV)及び加速電圧 $V_a = 1000$ kV の動作条件では、像点位置 q に関してスポット径 d_3 は比例して増大し、一方開き角 α_3 は反比例して減少するため、加速管内で輝度 B_3 は一定となる(図 6.20)。また、電圧比 K が大きい程、実行輝度 B_3 は増加し、 $K = 10$ で最大の輝度 $B_3 = 7.3 \times 10^8$ A/cm²sr が得られることが明らかになった(図 6.21)。

6.4.3節では、スポット径を最優先する電子光学的輝度 B_3 を大きく損なわないプローブ電流 I_p を必要とする走査透過型電顕機能について、初段減速型($V_z = 5$ kV)で像点位置 $q = 1000$ mm に対するプローブ電流 I_p と電子光学的輝度 B_3 の関係を求めた。

その結果、実用的な電圧比 $K = 10$ において、プローブ電流 $I_p = 0.88$ nA で輝度 $B_3 = 8.1 \times 10^{10}$ A/cm²sr が得られ、上述の透過型電顕機能に比べて約2桁高くなる(図 6.22)。また、像点位置 q に関して輝度 B_3 は、透過型と同様にほぼ一定となり、実用的な加速管像点位置への依存性がないことが明らかになった。

6.5節では、電子ビームと加速電極(内径 33 mm)の衝突が原因となる高電圧放電を回避するため、加速管内の電子軌道を解析した。この際、静電レンズの電圧比 $K = 10$ (加速

管の入射電子電圧 $V_0 = 30$ kV)、加速電圧 $V_a = 1000$ kV で、電界放出電子銃の第1陽極(穴径 1 mm)の最外周部を通る開き角 5×10^{-2} rad の電子軌道を解析した。

その結果、磁界レンズを稼動しない ($f = \infty$) で電界放出をすると加速管出口で電子軌道 $h(z) = 18$ mm となり、電子線が最終加速電極に衝突する危険性がある。しかし、磁界レンズ動作 ($f = 109.5$ mm) すれば、光軸近傍で平行な電子軌道となることが分かった(図 6.23)。また、加速管の球面収差量 $d_{so} \leq 5$ nm となる制約条件では、電子線が加速電極に衝突する危険性のないことが明らかとなった(図 6.24)。

これらから、電子光学系の操作手順として、第2陽極電圧 V_0 と最終加速電圧 V_a を印加し、電子線が加速管から平行出射する磁界レンズの励磁電流に設定した後、第1陽極電圧 V_1 を印加して電界放出電流を得る。最後に、磁界レンズで加速管内の像点位置 q を微調整して最適条件に設定する必要性を見出した。

以上の電子光学的輝度解析より、電子銃部や多段加速管部の静電レンズ作用の最適化が図られたこと。また、電界放出電子銃、初段減速型 ($V_z = 5$ kV) 加速管及びその間に磁界レンズを配置した電子光学系において、透過型電顕機能あるいは走査透過電顕機能として動作させる際、電子銃の高輝度を維持する最適な電子光学系の動作条件とその電子光学的輝度特性が確かめられた。

参考文献

- [1] 内川嘉樹、大江俊美、後藤圭司：電気学会論文誌、**101-A**、263(1981)
- [2] 宇佐見正巳、後藤圭司、大江俊美、内川嘉樹：電気学会論文誌、**101-A**、495(1984)
- [3] Kuno Y and Uchikawa Y: *IEEE Trans. Magnetics*, **MAG-21**, 2523(1985)
- [4] Shimoyama H: *J. Electron Microsc.*, **31**, 8(1982)
- [5] Butler J W: *Proc. 6th Intern. Cong. Electron Microscopy, Kyoto*, **1**, 191(1966)
- [6] Crewe A V, Eggenberger D N, Wall J and Welter L M: *Rev. Sci. Instrum.*, **39**, 576(1968)
- [7] Crewe A V and Wall J: *J. Mol. Biol.*, **48**, 375(1970)
- [8] Komoda T and Saito S: *in Scanning Electron Microscopy/1972 (IIT Research Institute, Chicago, Ill., 1972)*, 129(1972)
- [9] Munro E: *Proceedings of the 5th European Congress on Electron Microscopy, Manchester, 1972*, 22(1972)
- [10] Tonomura A: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **12**, 1065(1973)
- [11] 鈴木正彦、下山宏、丸勢進：日本電子顕微鏡学会 第40回学術講演会予稿集
仙台 262(1984)
- [12] 電子顕微鏡学会編：電子顕微鏡の理論と応用 I 丸善(1959)
- [13] 日本学術振興会第132委員会編：電子・イオンビームハンドブック
日刊工業新聞社(1998)

第7章

電界放出電子銃を装備した 超高圧電子顕微鏡の総合動作特性

7.1 序

これまで超高圧電子顕微鏡用電界放出電子銃の要素技術である鏡体アース側との双方向の制御・監視(第2章)、バッテリー電源駆動とその充電電力伝送(第3章)、イオンポンプによる超高真空排気(第4章)及び陰極チップのフラッシング(第5章)に関する技術開発を行った。また、電界放出電子銃の高輝度特性を維持するため、電子銃と超高圧多段加速管の電子光学特性を解析し、多段加速管の電圧分配として初段減速型印加方式及び電子銃と加速管の間に磁界レンズを導入する電子光学系の提案を行った(第6章)。

これらの基礎技術開発により、世界で初めて高輝度 1000 kV 電子ビームを安定に発生し超高圧電子顕微鏡に利用することが可能となった。そこで、電界放出電子銃を装備した超高圧電子顕微鏡の総合的な基本性能を確認するため、透過像と走査透過像による高分解能観察及び電子光学輝度の測定を行う。

本章では、透過像の理論格子分解能及び走査透過像の数値解析による最小スポット径に近い分解能がほぼ達成されたこと。しかし、走査透過像観察において、 10^{-11} A 台のプローブ電流に対して理論的に期待される最小スポット径が得られていないこと。電子光学輝度は従来の LaB₆ 電子銃に比べて約 2 枠高い値が確認されたが、予測輝度に比べれば 1 枠低い測定結果であったこと。また、このプローブ電流低減や輝度低下の主な要因として研究過程で明らかとなった浮遊磁界や機械振動など外的擾乱について、その影響を抑制する鏡体構造と同時に、電子光学系の更なる改善策について述べる。

これら基本特性を左右する一つの要素である対物レンズ(上・下磁極穴径 6 mm、極間間隔 10 mm)の収差係数は実測値である球面収差係数 $C_s = 2.87\text{mm}$ 、色収差係数 $C_c = 3.42\text{ mm}$ として、動作特性の理論的な検討を行う。

7.2 総合動作特性

7.2.1 透過像機能

a) 透過像観察

透過像と走査透過像を同一試料によって高分解能観察するため、約 400 °C に加熱した岩塩の劈開面上に金を真空蒸着で島状構造となるようにエピタキシー成長させて、この金単結晶微粒子をカーボン膜上に載せた試料を作成した。

図 7.1 は通常の電子顕微鏡透過像モードで撮影した、金単結晶微粒子の明視野高分解能像を示す。同図の格子像は結晶面と面間隔が (111) 面の 0.235 nm、(200) 面の 0.203 nm 及び (220) 面の 0.144 nm である。

格子像分解能 (lattice resolution) は試料ドリフトなどの現実的な要因を除けば、理論上は対物レンズの色収差によって決定される。即ち、透過波とある回折波の干渉で形成される格子像の分解能 d は次式で与えられる [1] 。

$$d = 1.2(\lambda \Delta f)^{1/2} \quad (7.1)$$

ここで、 λ は電子線の波長であり、 Δf は色収差による焦点変動量である。また、定数 1.2 は波動光学的に透過波と回折波の 2 波干渉を仮定して、2 つの点光源の強度分布に 25 % のくぼみがあれば、2 つの独立した点に分解できると判定する際の値である。 Δf は種々の原因による色収差の 2 乗平均平方根 (RMS) として、次式で与えられる。

$$\Delta f = C_c \{ (\Delta E/E)^2 + (\Delta V/V)^2 + (2\Delta I/I)^2 \}^{1/2} \quad (7.2)$$

例えば、電界放出電子のビームエネルギー幅 ΔE 約 0.5 eV とすると $\Delta E/E \approx 5 \times 10^{-7}$ と小さく、焦点変動量 Δf は高圧電源変動とレンズ電流変動で決まり、本装置では $\Delta V/V = \Delta I/I \approx 1 \times 10^{-6}$ である。

以上から、対物レンズの色収差係数 $C_c = 3.42$ mm、加速電圧 1000 kV の $\lambda = 8.72 \times 10^{-10}$ mm の観察条件では、格子像の理論分解能は $d = 0.098$ nm となり、ほぼ理論値に近い分解能が達成されている。これは電界放出電子錶ではビームエネルギー幅 ΔE が小さく電子線干渉性が良いため、格子分解能の向上が見られることが確かめられた。

透過型電子顕微鏡の高分解能観察では上述の格子分解能と同時に、微小物点の識別限界を与える粒子分解能 (point resolution) も重要な性能である。電界放出電子錶では色収差の影響が小さいため粒子分解能についても改善が期待される。この粒子分解能は位相伝達関数 (Contrast Transfer Function ; CTF) で評価できる [2, 3] 。

図 7.2 は本装置の対物レンズ ($C_s = 2.87$ mm, $C_c = 3.42$ mm) に対する電子錶の相異による CTF の比較である。透過像観察で最も高いコントラストが得られるシェルツァーデフォーカス (Scherzer defocus) 条件において、従来の LaB6 热電子錶で $\Delta E = 2.0$ eV、電界放出電子錶で $\Delta E = 0.5$ eV とする解析結果であり、横軸は実空間距離の逆数を示す。

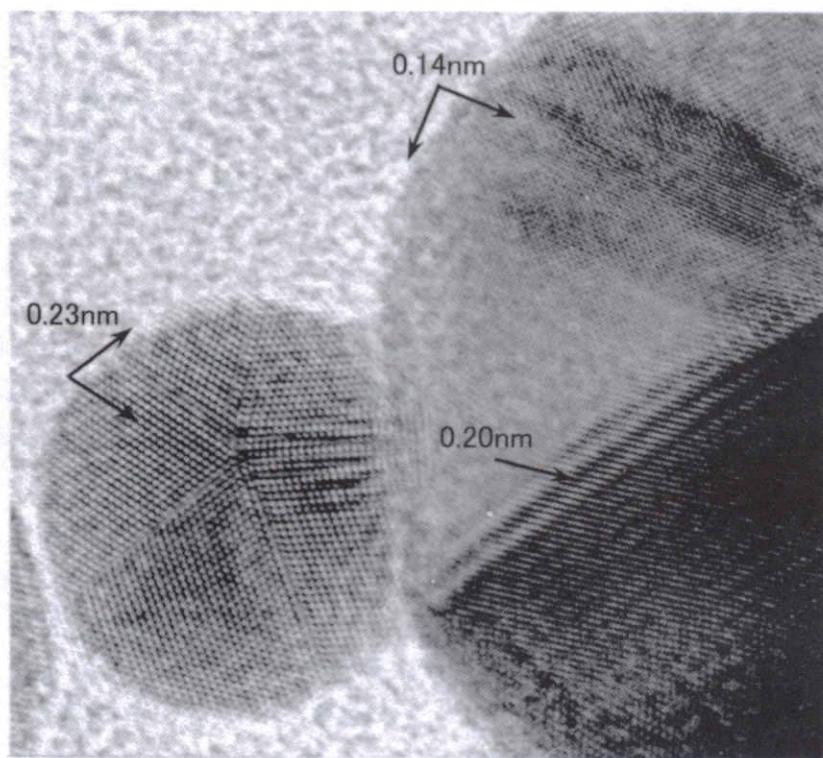


図 7.1：カーボン膜上の金単結晶微粒子の透過像（格子分解能 0.144 nm）

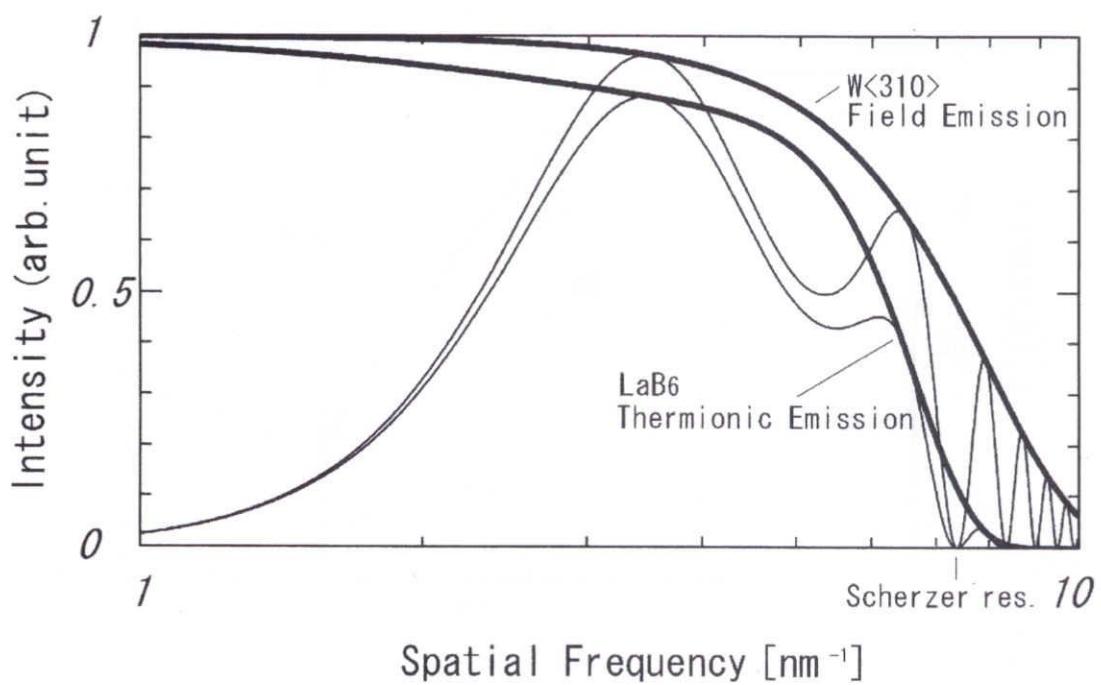


図 7.2 : LaB6 热電子銃 ($\Delta E = 2.0 \text{ eV}$)、電界放出電子銃 ($\Delta E = 0.5 \text{ eV}$) の位相伝達関数

本装置の粒子分解能(シェルツァー分解能)は $\delta = 0.65 \text{ Cs}^{1/4} \lambda^{3/4} = 0.135 \text{ nm}$ となり、電子鏡に無関係に同じ値を示す。しかし、電界放出電子鏡のビームエネルギー幅 ΔE が小さいため、空間周波数の高い領域で CTF は熱電子鏡に比較して低下が小さいことが分かる。即ち、熱電子鏡では粒子分解能 δ を超えると像強度の包絡線は急激に減少し、より微細部で像強度は得られない。一方、電界放出電子鏡では δ を超えた領域でも物点情報は再生され、例えば $\delta = 0.12 \text{ nm}$ でも 25 % のコントラストを持つため情報限界が改善される。

b) 輝度特性

前章において、蛍光板全面が明るい透過像観察ができるプローブ電流($I_p = 20 \text{ nA}$)を前提条件とした。本節では分解能実験と同時に実施するため、フィルム撮影に必要なプローブ電流 $I_p = 5.0 \text{ nA}$ として電子光学系の輝度 B_e を実測し、理論計算値と比較する。電子鏡の使用条件である電圧比 $K = 10$ において、試料面上の測定輝度 B_e はプローブ電流 $I_p = 5 \text{ nA}$ 、試料照射角 $\alpha = 3.3 \times 10^{-4} \text{ rad}$ 及びスポット径 $d = 30 \text{ nm}$ の実測より、 $B_e = 2.1 \times 10^9 \text{ A/cm}^2 \text{ sr}$ であった。一方、従来の LaB₆ 热電子鏡では、 $I_p = 1.9 \text{ nA}$ 、 $\alpha = 4.0 \times 10^{-4} \text{ rad}$ 及び $d = 0.1 \mu\text{m}$ より、 $3.1 \times 10^7 \text{ A/cm}^2 \text{ sr}$ である。その結果、LaB₆ 热電子鏡に比べて電界放出電子鏡の測定輝度は、約 2 衍近くの高い値が得られたことになる。

図 7.3 は透過像観察モードにおけるプローブ電流 I_p に対する輝度 B_3 の関係を与える計算結果である。ここで、輝度の理論計算値 B_3 は加速管出口近傍の像点($q = 1000 \text{ mm}$)における計算値である。実際には、この加速管レンズのスポット像は 2 段照射レンズ系(C_1 、

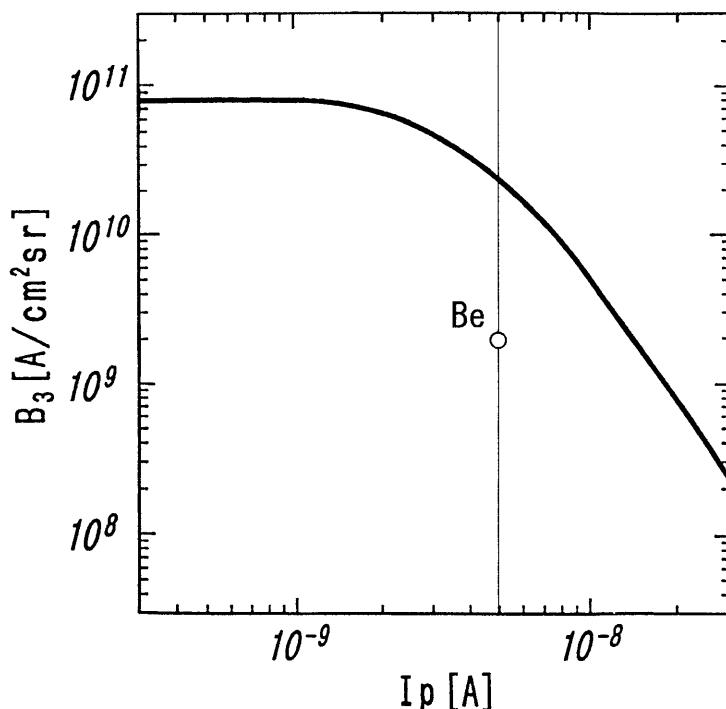


図 7.3：理論輝度 B_3 のプローブ電流 I_p 依存性
($V_a = 1000 \text{ kV}$ 、 $K = 10$)

C_3)と強励磁対物(Condenser-Objective)レンズの前方磁界による収束作用によって、試料上に所期の縮小スポットを形成する。その際、照射レンズ系収差による輝度低下の影響が無視(2×10^{-4} 以下)できることから、電子光学系輝度 B_3 は、試料面上でも保存されると考える。測定値 B_e (図中の○印)は、同じプローブ電流の理論計算値 $B_3 (= 2.3 \times 10^{10} \text{ A/cm}^2 \text{sr})$ に比較して、約1桁低下していることが分かる。この原因は偏向器の電源リップルや浮遊磁界によるスポット径の拡がりが考えられるが、これらについては次節で述べる。

7.2.2 走査透過像機能

図 7.4 は本装置の走査透過像機能による高分解能観察例であり、上述の透過像観察と同じ金単結晶微粒子をプローブ電流 $I_p = 3 \times 10^{-12} \text{ A}$ で撮影した暗視野像を示す。その分解能 d_e は微粒子間の最小間隔より約 0.5 nm と判断される。

走査透過像は対物レンズによって細く絞った電子線プローブで試料を走査し、試料を透過した電子線強度を輝度変調信号としてブラウン管上に時系列表示するもので、その分解能は試料上のスポット径で決まる。そこで輝度、プローブ電流及びレンズ収差を考慮して、電子プローブの最小スポット径を計算し、その理論分解能と実測分解能を比較する。

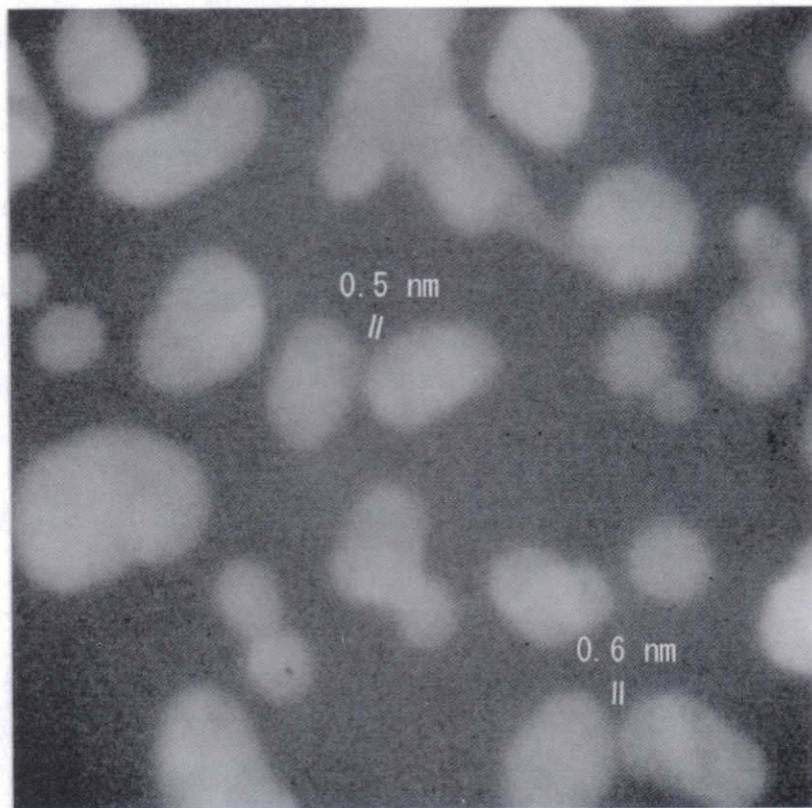


図 7.4：カーボン膜上の金単結晶微粒子の走査透過像(粒子間の最小間隔 約 0.5 nm)

試料面上に形成される実際のスポット径 d_{total} は、電子銃の輝度 B とプローブ電流 I_p で決まる無収差のスポット径 d 及び最終段の対物レンズ収差によるスポット径の拡がり d_{ab} とで決まり、一般に $d^2_{total} = d^2 + d_{ab}^2$ で与えられる [4, 5, 6, 7]。

まず、電子光学系のレンズ収差が無い場合、ビーム開き角 2α 、プローブ電流を I_p とすると、輝度 B の定義式から理想的なスポット径 d は次式で与えられる。

$$d^2 = \frac{4}{\pi^2} \frac{I_p}{B \alpha^2} \quad (7.3)$$

また、極微細スポットを形成する場合には電子銃の光源径を数段のレンズ系で逐次縮小するため、最終段の対物レンズ収差によるスポット径の拡がりの影響が最も重要である。この収差によるスポット径の拡がり d_{ab} は、一般に各種光学収差の2乗平均平方根として、次式で与えられる。

$$d_{ab}^2 = d_s^2 + d_c^2 + d_d^2 \quad (7.4)$$

$$d_s = 2(1/4 C_s \alpha^3) \quad : \text{球面収差}$$

$$d_c = C_c (\Delta V/V) \alpha \quad : \text{色収差}$$

$$d_d = (1.22 \lambda) / \alpha \quad : \text{回折収差}$$

ここで、 C_s 、 C_c は球面収差係数、色収差係数であり、最終項 d_d はビーム開き角による回折収差によるスポット径の拡がりである。また、非点収差の補正は十分に行われるものと仮定している。以上から、試料面の最終スポット径 d^2_{total} を α のベキ級数でまとめれば次式となる。

$$d^2_{total} = 1/4 (C_s^2 \alpha^6) + \{C_c^2 (\Delta V/V)^2 \alpha^2\} + \{(1.22 \lambda)^2 + 4/\pi^2 (I_p/B)\} / \alpha^2 \quad (7.5)$$

また、上式のスポット径を最小にするためには $\partial d^2_{total} / \partial \alpha = 0$ を満足する最適収束角 α_{opt} に対応して、最小スポット径 d_{total1} が得られる。従って、観察条件を与えれば最小スポット径 d_{total1} とプローブ電流 I_p (あるいは輝度 B)との関係が求められる。最適収束角 α_{opt} は次式で表される。

$$\begin{aligned} \alpha_{opt}^4 &= (2/3) [[\{(C_c/C_s)^4 (\Delta V/V)^4 + (3/C_s^2)\} \{(1.22 \lambda)^2 + 0.4 I_p/B\}]^{1/2} \\ &\quad - \{(C_c/C_s)^2 (\Delta V/V)^2\}] \end{aligned} \quad (7.6)$$

走査透過像の観察条件で計算したビーム開き角 α と最終スポット径 d_{total1} の関係は、レンズ収差係数 $C_s = 2.87$ mm、 $C_c = 3.42$ mm、波長 $\lambda = 8.72 \times 10^{-10}$ mm (加速電圧 1000 kV)とした。また、輝度 B は収差の影響を含めたプローブ電流 I_p の関数であり、測定輝度 (7.2.1 節)が理論輝度より 1 枠低い結果を考慮して、電圧比 $K = 10$ の場合にも 1 枠低い値 $B = 8.1 \times 10^9$ A/cm²sr 及び $I_p = 3 \times 10^{-12}$ A とした。その結果、最適収束角 $\alpha_{opt} = 3.8 \times 10^{-3}$ rad で最小スポット径 $d_{total1} = 0.32$ nm が期待される。この値に比較して、

図 7.4 の走査透過像から推測されるスポット径 $d_e = 0.5 \text{ nm}$ は、ほぼ理論値に近い分解能が達成されている。

最適収束角 α_{opt} において、電界放出電子銃では理論輝度(電圧比 $K = 10$)との相異を考慮した値 $B = 8.1 \times 10^9 \text{ A/cm}^2\text{sr}$ と LaB₆ 熱電子銃の測定輝度 $3.1 \times 10^7 \text{ A/cm}^2\text{sr}$ について、プローブ電流 I_p に対する最小スポット径 d_{total} の関係を図 7.5 に示す。ここで、LaB₆ 熱電子銃に比べて、電界放出電子銃の最小スポット径 d_{total} がプローブ電流 $I_p = 10^{-9} \text{ A}$ 付近から著しく増大する理由は、プローブ電流 I_p に反比例して電子光学的輝度 B_3 が低下するためで、LaB₆ 熱電子銃の輝度一定と異なることがある。

この解析結果より、電界放出電子銃のプローブ電流 $I_p = 3 \times 10^{-11} \text{ A}$ でも最小スポット径 $d_{\text{total}} = 0.34 \text{ nm}$ となり、LaB₆ 熱電子銃に比べて約 1/4 小さなスポット径を得ることができる。一方、実測の $I_p = 3 \times 10^{-12} \text{ A}$ で撮影した走査透過像(図 7.4)は、分解能を損なうことなく、さらに 1 衍大きなプローブ電流によって、S/N 比の高い像質が得られる余地がある。

この相異は計算で用いた諸定数の誤差では説明できず、現実的な要因としては電子銃部や照射レンズ系部に配置した電子光学系の軸ズレや傾斜を補正する偏向器の電源リップルで生ずるスポットの振れによる分解能低下がある。また、多段加速管とその下部の照射レンズ間で浮遊電磁場によるスポットの変動が影響すると推察される。

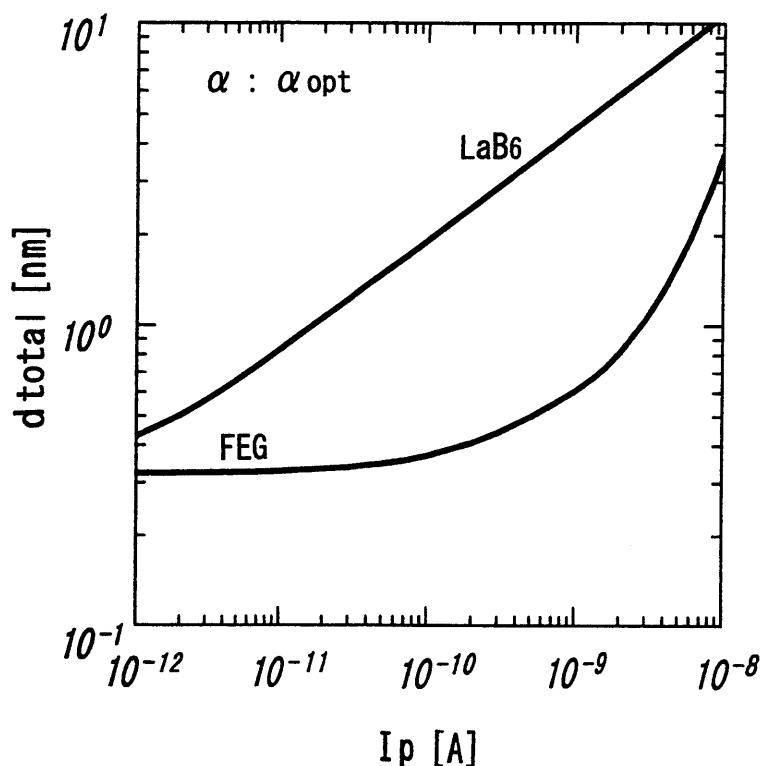


図 7.5：最適収束角 α_{opt} におけるプローブ電流 I_p と最小スポット径 d_{total}

7.3 今後の課題

本研究の目的は従来の LaB₆ 热電子銃に替えて、電界放出電子銃を超高圧電子顕微鏡に搭載して電子光学系の構成と動作条件を最適化することであった。前述の総合特性評価から、高分解能化及び高輝度化を確認し一応の当初目的は達せられた。しかし、同時に数値解析との比較から新しい問題点や改善点が明らかとなったので、今後の課題として本節でまとめる。

今後、これらの要素の解決が図られることにより、理論的に期待される S/N 比の高い高分解能走査透過像観察、電子エネルギー損失分光分析法によるサブナノメーターオーダーの状態分析や元素分析及び電子線干渉法による計測などへの展開が可能となる。

7.3.1 電子光学的課題

a) 電界放出照射系部

本研究では、超高圧多段加速管の初段減速型電圧印加法及び加速管上部に磁界レンズを導入した照射レンズ系など電界放出電子銃用必須条件を提案した。しかし、現有の装置構成から制約条件も幾つかあった。例えば、電界放出電子銃部の構造的な絶縁耐圧を配慮して、実用上、電圧比 $K \leq 13$ が実用的な動作条件となる。そこで、この動作条件における電子光学系の一層の最適化を検討する。

開発実験において、第 1、第 2 陽極が対称形状で構成する Butler 型電極形状 ($S = -9.9$ mm, $t_1 = t_2 = 6.5$ mm, $2\alpha = 109^\circ$) を採用した。然るに、物点(陰極チップ)をレンズ領域に近づけて強いレンズ作用で動作できる非対称陽極を構成する電極形状③ ($S = -7.5$ mm, $t_1 = 6.5$ mm, $t_2 = 1.5$ mm, $2\alpha = 80^\circ$) を提案する(6.2.4 節)。陽極間の距離 $L = 17$ mm 一定、即ち絶縁耐圧の制約条件は同じであるが、図 7.6 に示すように、Butler 型電極形状に比べて③ の電極形状は、電圧比 $K \leq 10$ の動作領域において球面収差係数が僅かに小さな値となることが認められる。

また、電界放出電子銃と加速管の間に配置した磁界レンズ(Transfer Lens)も輝度低下に重要な影響を持つため、低収差化が望まれる。図 7.7 はこれら改善点を考慮した電圧比 $8 \leq K \leq 15$ に対する電子光学系輝度の解析結果である。加速管は初段減速型 ($V_z = 5$ kV) の電圧印加方式であり、加速管レンズ像点位置の制約条件 $q = 1000$ mm における輝度 B_3 である。図中の曲線 A は現有装置(Butler 型対称レンズ; 磁界半値幅 $a = 10$ mm)の場合、曲線 B は静電レンズのみ改良(非対称レンズ③; $a = 10$ mm)の場合、そして曲線 C は磁界レンズの低収差化も同時に採用(非対称レンズ③; $a = 30$ mm)の場合に対する解析結果である。この図から一般に静電レンズの電圧比 K が大きい程、電子光学的輝度 B_3 は増加することが分かる。また、例えば電圧比 $K = 10$ で比較する場合、電子銃に非対称静電レンズを用いた曲線 B では約 2 倍、更に磁極間隔、口径を大きくした磁界レンズを採用した曲線 C では約 1 枝の電子光学的輝度 B_3 の改善が期待できる。

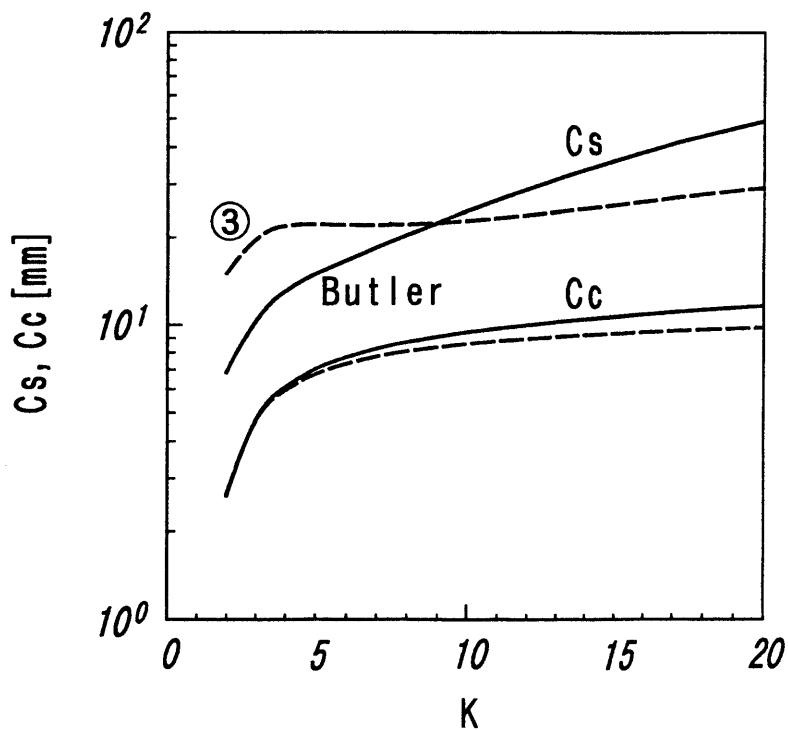


図 7.6：“Butler 型電極”と条件 ③ の静電レンズの比較

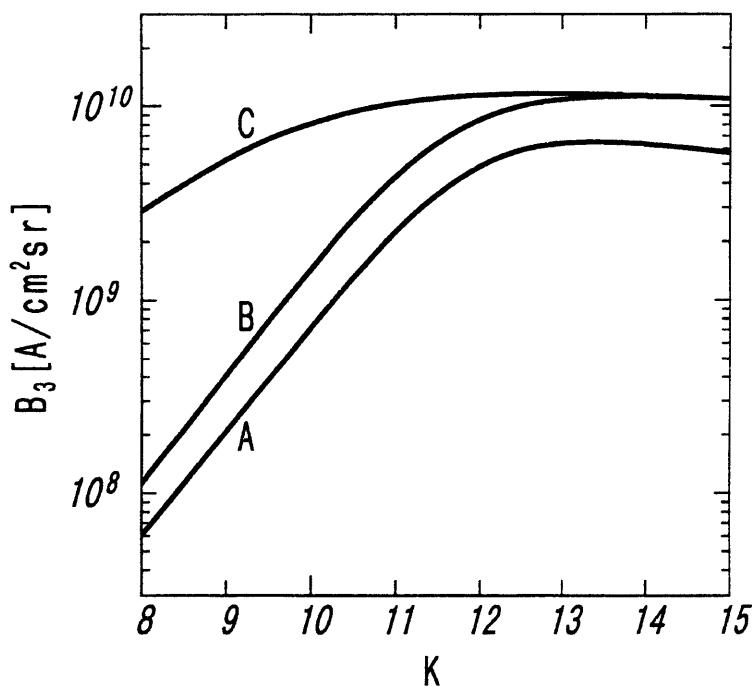


図 7.7：電圧比 k が $8 \leq K \leq 15$ における電子光学的輝度 B_3 の最適化
 A : Butler 型対称レンズ、 $a = 10$ mm B : 非対称レンズ③、 $a = 10$ mm
 C : 非対称レンズ③、 $a = 30$ mm

しかし、この電子銃を実際に導入するためには、③の電極形状、電極配置の電子光学的な設計改良に加えて、磁界半値幅の大きな磁界レンズの安定動作を達成するための技術的要素の検討が不可欠となる。

b) 電界放出陰極の軸調整

電界放出電子銃の高輝度は微小光源(約 5 nm)に由来する特性であり、光源が外部からの機械的、電気的擾乱で振動すれば輝度低下の要因となる。本装置では、陰極チップを光学軸調整する機械的な微動機構の導入を振動による影響を考えて断念した。その代替機能として電磁的な軸調整方式を採用したが、この偏向器の電源出力の僅かなリップルによるスポット径の振れが輝度低下の一つの原因と推察される。

即ち、本研究では従来の熱電子銃に代えて電界放出電子銃を超高压電子顕微鏡に適用したため、光源サイズの相異による偏向器電源の安定性不足が最終性能に大きく影響することが明らかになった。特に、試料上で極微スポットを形成する走査透過型機能の場合、熱電子銃では光源を光学的に 1/1000 以下に縮小することから、電源リップルによる振れの影響も実用的に無視できる。しかし、電界放出電子銃では光学的縮小率が 1/10 程度のため、リップルの影響が最終スポットに残存して光源輝度の低下を招くことになる。

c) 照射レンズ系

一般に、電子顕微鏡では加速管レンズで(本論文の q 位置に)形成されたスポットを後続の複数レンズによる照射レンズ系で試料面上に結像して照射電子ビームを形成する。このため、上述と同様に電子源の大きさによって、照射レンズ系の動作条件も大きく相異する。熱電子銃を用いる 3 段(C_1 、 C_2 、 C_3)照射レンズ系を工夫して 2 段(C_1 、 C_3)照射レンズ系として動作させるが、対物レンズの最適収束角 α_{opt} と加速管内のスポットからのビーム角 $\alpha (= \alpha_{opt} / M)$ を適合させることは困難であった。即ち、偏向コイルの電源リップルや外部浮遊電磁場の影響を含めて、試料面上にサブナノスポットを形成するために大きな光学縮小率が必要であった。この結果、理論的に期待されるプローブ電流 $I_p (\propto \alpha^2)$ の著しい減少を招いた。

従って、電界放出電子銃を装備する照射レンズ系は、熱電子銃と約 3 衍異なる光源径に適合した新規設計が必要である。また、この新たな照射レンズ系の最適縮小率と関連して、b)に述べたリップルや外部浮遊電磁場の制約条件の再考も必要となる。

7.3.2 その他の検討課題

前節(7.2.1)で述べたように、電界放出電子銃の光源径(5 nm)は、LaB6 電子銃の光源径(2~5 μm)に比べて約 3 衍の相異がある。これら電子銃で試料面上に 1 nm のスポット径を形成する場合、LaB6 電子銃では光源自体の振動はほとんど問題にならないが、電界放出電子銃では光源が僅か $\pm 1 nm$ 振動しても、実質的なスポット径は 40 % 増大し、輝度は 1/2 に減少する。

一方、超高圧電子顕微鏡の基本構造は 34 段の加速電極により構成される高さ約 1.4 m の多段加速管を有することから、微小光源を有する電界放出電子銃を搭載する場合は、大きな影響を受ける。本装置開発で明らかになった、機械的及び電気的振動要因について簡単に述べる。

a) 機械的振動

吊り下げ除振構造を有する超高圧電子顕微鏡(全長 約 7 m、重量 約 18 t)の機械的振動性状を直接的に解明するため、従来の LaB₆ 熱電子銃を装備した顕微鏡を強制加振することにより、支持構造、除振ダンパー及び顕微鏡本体の固有振動数の解明と同時に、振動周波数と振幅を系統的に変化して、高分解能透過像観察における像障害の詳細な実験を試みた。

例えば、顕微鏡の重心位置となるベースプレートを試料微動機構のサイドエントリー ホルダーの軸方向に、振動数を一定として振幅を変えるステップ加振を行った。また、同時に金単結晶微粒子の格子像を TV モニター画面上で観察することにより、微振動による高分解能透過像への影響を確かめた。

図 7.8 は加振周波数に対する加速度と微振動による像障害の関係を示す。例えば、顕微鏡を周波数 約 2.5 Hz、加速度 約 2×10^{-3} ガル(cm/sec^2)で加振し、結晶面(111)の面間隔 0.235 nm となる格子像を TV モニター画面上の倍率 約 1100 万倍(観察倍率 50 万倍)

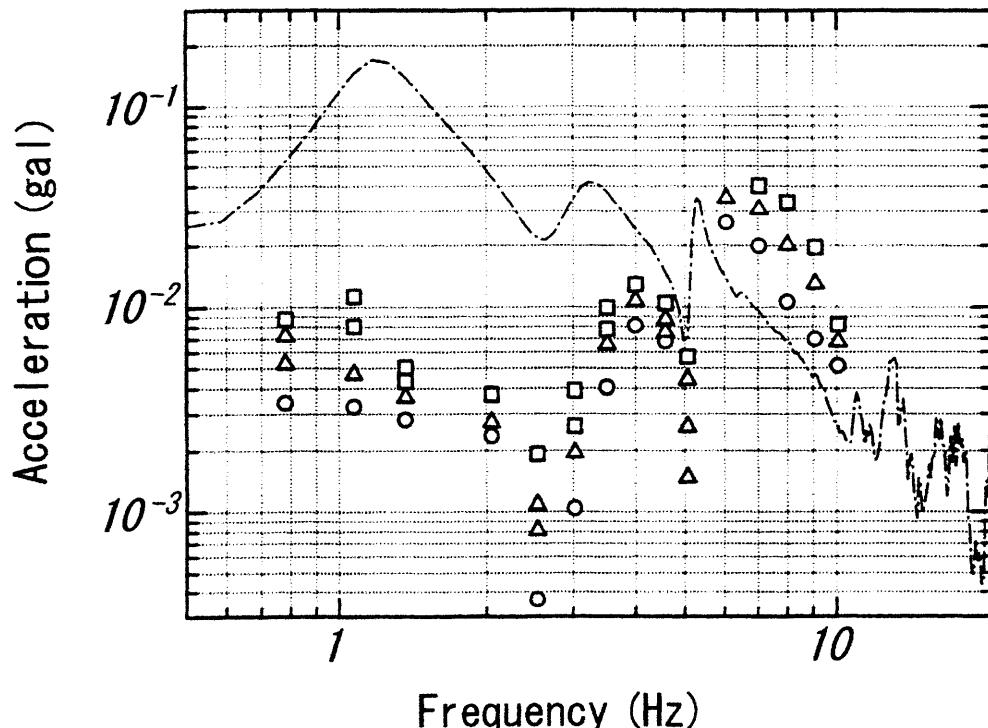


図 7.8：顕微鏡加振による高分解能透過像への影響

□印 - 認められる、△印 - 有無の判断が困難、○印 - 認められない

で観察した場合、振動による格子像位置のずれ、即ち像障害が認められること(□印)。また、像障害の影響は、ベースプレートの加速度(一点鎖線)が小さい周波数付近で顕著であることが分かる。更に、顕微鏡各部の加速度(3方向成分)測定とその総合的な解析結果より、振動モードはベースプレートを中心としたロッキング回転(周波数 約 2.5 Hz)を示すことが確かめられている。一方、走査透過像に重要な試料面上のスポット像は、電子銃・加速管部の固有振動数 約 17 Hz に対応した振動に影響されることも見出した。

超高压電子顕微鏡の構造強化を図るには、顕微鏡本体を吊り下げ除振する支持構造及び加速管単体の機械的強度をより高めることが不可欠となる。特に、加速管の機械的強度は断面積に比例し、長さの2乗に反比例することから、より大きな断面積の大口径加速管を開発することが課題となる。

b) 浮遊電磁場変動

浮遊電磁場変動による透過像への影響を解明するため、超高压電子顕微鏡の電子線と平行に電線を配置し、商用周波数(60 Hz)の電流を流して交流磁場を発生させ、高分解能観察における詳細な実験を試みている。

その結果、カーボン膜上の金単結晶微粒子をTVモニター画面上の倍率 約 1100 万倍(観察倍率 50 万倍)観察をした際、光軸位置での磁場強度 約 1.7 μ Tにおいて、カーボン支持膜のコントラスト低下が発生することを見出している。

超高压電子顕微鏡の浮遊磁場の遮蔽強化を図るために、加速管内のパーマロイ製加速電極に加えて、加速管外側にも被透磁率が大きく磁気遮蔽効果を有するパーマロイ製遮蔽電極を配置すること。影響を受け易い加速管と照射系レンズ間のパーマロイ製磁気遮蔽円筒電極を一重から二重構造とすること。加速管排気する配管開口部あるいは鏡体レンズの各分割部の隙間から浮遊磁場の浸入を阻止するための隙間の構造や形状を工夫すること。また、これらの遮蔽効果を確かめるため、軸上の交流磁場測定することが課題となる。

7.4 結言

電界放出電子銃搭載による基本性能向上を目的にシステム開発を行い、超高压電子顕微鏡として安定動作可能な初めての装置となった。本装置における透過像及び走査透過像の分解能及び輝度の測定から、総合動作特性の評価を以下に示す。

- 1) 金単結晶微粒子の透過像観察では、観察条件から予測される理論値 0.098 nm とほぼ等しい、結晶面(220)の面間隔 0.144 nm の格子像が達成された。また、ビームの高干渉性から情報限界も向上するため、通常の透過電子顕微鏡モードは電界放出電子銃の長所を活かした高分解能観察が可能となる。
- 2) 一方、走査透過像観察では同じ金微粒子の最小間隔 0.5 nm が推測され、ほぼ理論予測される最小スポット径 0.32 nm に近い分解能が達成された。しかし、 10^{-11} A 台のプローブ電流に対して理論的に期待される最小スポット径の形成が妨げられていることも明らかとなった。

以上の結果から、電子ビームの極微スポットを試料上に形成する走査透過像機能では、透過像機能で問題にならない電界放出電子銃照射系部の機械的及び電気的な外部擾乱によるスポット径の拡がりが影響していることが分かった。

今後、電界放出電子銃を用いた超高压電子顕微鏡を開発する際の指針として、本研究で明らかになった技術課題を以下に示す。

- 1) 電子光学的な一層の改良点は電子銃静電レンズ及び磁界レンズの収差低減である。静電レンズ電極を現状の対称形状($t_1 = t_2 = 6.5$ mm)から非対称形状($t_1 = 6.5$ mm, $t_2 = 1.5$ mm)とし、更に磁界レンズの磁場半值幅 $a = 10$ mm から 30 mm になるようレンズ・ポールピース形状を大口径、大間隔化することで、光学輝度は約 1 柄改善される。また、静電レンズの電圧比が現状より大きな値($K \leq 13$)で稼動可能なように、レンズ陽極間の絶縁耐圧向上を図ることも重要である。
- 2) 電界放出電子銃は従来の熱電子銃と異なり、加速管レンズ以後の照射レンズ系による試料面上への光源縮小をほとんど必要としない。特に、走査透過像機能では偏向器の電源リップルや浮遊電磁場変動による光源の振れが、理論的に期待されるプローブ電流 10^{-11} A 台に対する最小スポット径形成を妨げる。この解決策として、電界放出陰極の光軸を合わせる電子銃部偏向器の電源リップルの影響を軽減するため、その代替機能として機械的粗調と電気的微調を組み合わせた軸調整機構の開発が不可欠である。
- 3) 更に、もう一つ解決策は、対物レンズの最適な収束角 α_{opt} と加速管内のスポットからのビーム角 $\alpha (= \alpha_{opt} / M)$ に適合した新たな照射レンズ系設計である。また、その最適縮小と関連して、電子銃部と同様に照射レンズ系部偏向器の電源リップルの軽減及び加速管以後の照射レンズ系付近の外部浮遊電磁場の遮蔽強化などの対応が必要である。
- 4) 機械的外部振動の影響は、加振実験より装置共振周波数 2.5 Hz、加速度 2×10^{-3} ガル(cm/sec^2)で分解能障害が発生することが分かった。新規開発では設置環境に

依るが大口径加速管の技術開発を含めて顕微鏡架台の構造強化を図る必要がある。

- 5) 浮遊磁場変動については光軸位置で約 $0.17\mu\text{T}$ の磁場強度が基本性能に影響することが分かった。現有装置では加速管部、加速管照射レンズ間部及び加速管排気口部からの浸入磁場の影響が大きい。既存装置の後対策は現実に困難であり、新規設計の際には加速電極の多重化など光軸近傍での遮蔽強化が必要である。

上述の課題への対応は、超高圧電子顕微鏡の基本構造変更を伴うため、現時点での対策には限界がある。これら技術課題の検討を継続して、新規設計時に適用を図ることが電界放出電子顕微鏡による基本性能向上に不可欠である。また、新たに開発設計する際には、設計当初より技術的に十分に余裕のある設計概念を確立することが望まれる。

参考文献

- [1] 橋本初次郎：電子顕微鏡 17, 41(1982)
- [2] Seherzer O : *J. Appl. Phys.*, 20(1949)
- [3] 堀内繁雄、松井良夫：日本結晶学会誌 25, 3(1983)
- [4] Everhart T E : *Ph. D. Thesis, University of Cambridge*(1958)
- [5] Broers A N : *IITRI*, 174-9-18, (1974)
- [6] 市ノ川竹男：日本結晶学会誌 21, 109(1979)
- [7] 裏 克巳：電子・イオンビーム光学、共立出版株式会社、175(1994)

第8章

総論

8.1 本研究の成果

電界放出電子銃は〈310〉タングステン単結晶を陰極として、その曲率半径 約 $0.1 \mu\text{m}$ の陰極先端に 10^7 V/cm 以上の高電界を印加して、トンネル効果により室温で電子線を電界放出させる。その際、陰極表面清浄化のためにフラッシング処理(加熱温度 約 2000 K、加熱時間 約 0.5 sec)が必要であるが、先端半径が鈍化しないように最適条件でフラッシング制御する必要がある。

電界放出電流は陰極表面の仕事関数に敏感であり、高真空中の残留ガスの吸着・脱離で電流変動を生ずる。また、残留ガスイオンの衝撃により陰極表面に微少突起が生ずると、それへの電界集中で陰極チップが放電破壊される。このため、安定に電界放出動作させるには、 10^{-8} Pa 台前半の到達真空度を達成する等の技術開発が必要である。

また、超高压電子顕微鏡用電界放出電子銃は、加速電圧 1000 kV の高電圧空間となる高さ約 1.4 m の加速管頂部に装備され、絶縁ガス SF₆ 壓力 4 気圧の高圧タンク内に収めるため、電子銃のアース電位側からの遠隔制御及び監視に関わるシステム開発が必要である。

更に、電界放出電子銃の光源(約 5 nm)は従来の LaB₆ 熱電子銃の光源に比べて 約 3 枝小さいため、加速管レンズの球面収差の影響を受け易いこと及び電子銃の動作条件で光源位置が変化することへの対応が不可欠である。このため、電子銃と加速管の間に磁界レンズを配置した電子光学系を開発した。

この電子光学系で期待される電子光学的輝度を達成するために、電子銃固有の高輝度を維持できる電子銃及び加速管の電子光学的特性を解析して、レンズ系の最適な動作条件を決定することが重要である。特に、加速電極 34 段で構成される加速管レンズに関して、熱電子銃を用いる従来の高電圧印加方式、即ち等電圧配分型加速管では収差の影響で電子線の輝度低下が著しいことが判明した。この解決策として加速管初段部に減速電界を形成するため、ツェナーダイオードを用いた新規の初段減速型高電圧印加方式を提案した。

本研究は、高輝度な電界放出電子銃を加速電圧 1000 kV となる高電位空間に搭載して、

その光源輝度を損なうことなく、安定な電界放出動作の実現を図った。それにより、電界放出電子銃を用いて超高压電子顕微鏡の総合特性を評価することができた。その成果は以下のようにまとめられる。

第1章では、本研究と関連する超高压電子顕微鏡の歴史的背景を紹介し、電界放出電子銃適用の意義と目的を明確にした。

第2章では、加速電圧 1000 kV の高電位空間となる超高压電子顕微鏡用加速管に搭載する電子銃の制御、監視及び保護機能について、高速応答性を持つ双方向時分割多重光伝送方式と応答性を必要としない絶縁棒ーステッピングモータ方式による遠隔操作システムについて述べた。

このシステム開発の主な技術要素を以下に示す。

- 電界放出電子銃部の各種電源・回路は、静電レンズを形成する第1と第2陽極電位で分離して2階建構造とした。高電位側の制御・監視内容はアナログ、ディジタル形式で各階毎にフレーム同期をとって、鏡体アース側と双方向に光伝送される。この伝送システムでは高電圧側と鏡体アース側を繋ぐ光ファイバーの耐電圧劣化が大きな問題となった。この原因は市販の細い(外径 約 1 mm)FRP光ファイバーへの電界集中による絶縁破壊であった。このため、ポリイミド素線光ファイバーを束ねてアクリル樹脂(外径 35 mm)に埋め込んだ構造として、加速電圧の電圧安定性($\leq 2 \times 10^{-6}/\text{min}$)を有する 1000 kV 耐電圧の光ファイバーを開発した。
- 陰極チップの微少放電で誘発される破損を防止するため、真密度、放出電流及び静電レンズの陽極電流を常時監視し、異常発生時には電界放出動作を遮断する陰極チップ放電の保護機能を開発した。

以上の結果から、制御・監視システムと陰極チップ保護機能の組み込みにより、異常発生時にも放電破壊の回避が可能となる安定な電界放出電子銃を開発することができた。

第3章では、2階建構造で配置される電源・回路用のバッテリー電源について、駆動電圧毎に定格容量を測定し、バッテリー電圧(容量)を1st floor の +18 V(20 Ah)、-18 V(10.2 Ah)及び2nd floor の +24 V(10 Ah)、-24 V(4 Ah)とする繰り返し充電が可能でガス吸収機能をもつ密閉型 Ni-Cd バッテリー電源の構築について述べた。

また、バッテリー電源への充電電力伝送は従来の LaB₆ 熱電子銃に比べて、電界放出電子銃では約 1 枝大きい電力伝送が必要である。既存のフィルターコンデンサ回路を利用するので、サージ吸収用抵抗の発熱によって充電電流の最大実効電流値は制限される。この許容電流(≤ 0.2 A)範囲内で電子顕微鏡の稼働時間(約 8 時間)以外で充電完了するために、伝送効率が最大となる電力伝送方式を開発した。

このシステム開発の主な技術課題を以下に示す。

- 伝送効率は周知のように、フィルターコンデンサ回路の静電容量成分(500 PF)と充電回路入力トランス 1 次側巻線(760 T)のインダクタンス成分の直列共振条件で最大となる。また、入力トランス 2 次側巻線はバッテリー電圧(± 18 V と ± 24 V)毎に等しい巻数として、各バッテリーの定格容量比と等しくなるように、充電電流を配分した。

○充電電流は2段定電流充電回路により、充電開始時は $0.1C\text{ A}$ (但し C は定格容量)及び充電終期は $0.01 \sim 0.03C\text{ A}$ と制御することで、バッテリーへの過充電を回避した。以上の結果から、装置稼働時間8時間を確保して、それ以外の16時間で回復充電する充・放電サイクルが可能となり、電子顕微鏡利用に支障を及ぼさないバッテリー電源駆動システムを開発することができた。

第4章では、超高压電子顕微鏡の加速管頂部に搭載される電子銃室の到達真空度 10^{-8} Pa 台を実現するための超高真空排気システム開発について述べた。

このシステム開発の主な技術要素を以下に示す。

- 加速管の排気抵抗を考慮して、高電位空間にある電界放出電子銃室をイオンポンプで直接排気した。電子銃室の第1陽極室に 10 l/sec のポンプ6台と、第2陽極室に 20 l/sec ポンプ2台の総排気速度 100 l/sec で直接排気した。
また、第1、第2陽極部にそれぞれ穴径 1 mm のオリィフィスを設けた2段差動排気構造として、陰極チップ周辺で到達真空度 $7.5 \times 10^{-9}\text{ Pa}$ の達成と維持を可能とした。
- イオンポンプ高圧電源は、小型モジュール高圧電源を用いた充電可能なバッテリー駆動方式とした。このモジュール高圧電源は加熱脱ガス排氣中の真空度 $2 \times 10^{-5}\text{ Pa}$ 以下でイオンポンプ排気に切り換えるできる電流容量とし、Ni-Cd バッテリー電源は電子顕微鏡稼働時間を考慮した定格容量とした。
- 超高压加速管はセラミック製を新規開発し、超高真空化に不可欠な加熱排気を可能とした。また、電子銃の第1陽極部にヒータを内蔵して真空内加熱すると共に、加速管を含めた真空系全体を均一な高温加熱で脱ガス排氣できる構造とした。
- 陰極チップ交換など電子銃単体調整時の真空状態をモニターするため、省電力で簡便なコンデンサとネオン管の並列回路による測定法を開発した。

以上の結果から、電界放出動作時の真空 10^{-8} Pa 台前半を達成して、電子銃として重要な電界放出電流の安定性が得られた。

第5章では、陰極チップの清浄表面の再生について、過電力、長時間の加熱処理が直接要因となるチップの寿命短縮を回避する信頼性の高いフラッシング条件の解明と光伝送機能を活用したフラッシングシステム開発について述べた。

このシステム開発の主な技術要素を以下に示す。

- 陰極チップの連続加熱時における熱電子流測定から推定する校正曲線を用いて、加熱温度 $2000\text{ K} \sim 2300\text{ K}$ 、加熱時間の上限値 0.5 sec とする最適なフラッシング条件を決定した。
- 電子銃高電位側に熱放出電流の測定回路を組み込み、光伝送システムを用いて正確な温度換算をピークホールド回路で実行し、精密な加熱温度と時間の調整が可能なるフラッシングシステムを開発した。

以上の結果から、フラッシング後の約2時間から5時間は、非常に安定した穏やかな単調減少の電流変化となり、清浄な陰極表面を再生する最適なフラッシングが実施されていることが明らかになった。また、異なる陰極チップ形状の先端を鈍化することなく、信頼性の高いフラッシング処理を実現することができた。

第6章では、電界放出電子銃と超高压電子顕微鏡用加速管の間に磁界レンズを配置した電子光学系において、静電レンズ作用を持つ電子銃、加速管の特性解析及び理論上期待される電子光学的輝度の達成にかかるレンズ系の構築について述べた。

その主な電子光学的要素を以下に示す。

- 実装した Butler 型電界放出電子銃の陰極チップ - 第1陽極間電圧 V_1 、陰極チップ - 第2陽極間電圧 V_0 において、電圧比 $K (= V_0/V_1)$ に対する焦点、収差特性を解析した。その解析結果より、例えば、実用的な動作電圧比 $K = 10$ において、球面収差係数 $C_s = 24.4 \text{ mm}$ 、色収差係数 $C_c = 4.2 \text{ mm}$ 、横倍率 $M = 2.1$ 及びクロスオーバー像位置 - $Z_i = 55.2 \text{ mm}$ となり、電子銃と加速管の間に配置した磁界レンズによる加速管レンズの像・物点位置調整が可能であることが分かった。

また、倍率が無限大となる $K_\infty = 15$ が一定の条件で、静電レンズ改良のため第1、第2陽極の電極形状、電極配置に対する焦点、収差特性の依存性を解析した。その解析結果より、陰極チップ - 第1陽極間距離(S)、第2陽極の厚さ(t_2)及び第1、第2陽極のテーパ角(2α)を小さくし、全体のレンズ領域を物点(陰極チップ)に近づけレンズ作用を強くした電極形状($S = -7.5 \text{ mm}$ 、 $t_1 = 6.5 \text{ mm}$ 、 $t_2 = 1.5 \text{ mm}$ 、 $2\alpha = 80^\circ$)の球面収差係数($C_{s\infty} = 25.6 \text{ mm}$)は、従来の対称形状の Butler 型($S = -9.9 \text{ mm}$ 、 $t_1 = t_2 = 6.5 \text{ mm}$ 、 $2\alpha = 109^\circ$)の収差係数($C_{s\infty} = 33 \text{ mm}$)に比べて僅かに有利となることを見出した。

- 多段加速管の静電レンズ作用に対する焦点、収差特性を解析した。その際、前提条件として、① 加速管レンズの球面収差 d_{s0} による拡がりが光源自体のクロスオーバー径を越えない、即ち $d_{s0} \leq 5 \text{ nm}$ となること。② 加速管レンズによる像点位置 q が機械的振動及び浮遊電磁場の影響が小さい加速管出口付近($1000 \text{ mm} < q < 1400 \text{ mm}$)に結像すること。③ 光源のクロスオーバーからの電子線開き角 α_0 は、大きなプローブ電流 $I_p = 20 \text{ nA}$ を必要とする透過像撮影時の $\alpha_0 = 1.13 \times 10^{-2} \text{ rad}$ とした。

その解析結果より、電子銃、磁界レンズ及び多段加速管から構成される電子光学系において、従来の熱電子銃を装備する際の電圧印加法、即ち加速電圧を各電極に等しく分配する等加速型電圧印加では $d_{s0} \leq 5 \text{ nm}$ となるスポット像が形成できなく、輝度低下が無視できないことが分かった。

- この解決を図るため、加速管の第1電極電圧 V_0 は電子銃の電圧比 $K (= V_0/V_1)$ で決まるところから、第2電極電圧 V_2 を変化させて第1 - 第2加速電極間に減速あるいは加速電界を導入すること。同時に、電界放出電子銃と加速管の間に配置した磁界レンズによって、加速管レンズの像点位置を変化させ、球面収差量 $d_{s0} \leq 5 \text{ nm}$ となるスポット像を加速管内に結像する手段を検証した。その際、電子銃部の静電レンズによる収差の影響が小さい電圧比 $K = 10$ (加速管への入射電圧 $V_0 = 30 \text{ kV}$)の場合において、加速管レンズの焦点、収差特性を解析した。また、収差係数の倍率依存性を除くため、加速管レンズの倍率が無限大、即ち物点位置 p が物側焦点位置 Z_{F0} となる条件で比較を行った。

その解析結果より、等加速型の電圧配分(第2加速電極電圧 $V_2 = 58.5 \text{ kV}$)付近では球面収差量 d_{s0} が偶然にも最大となること。特に、 V_2 を小さく(即ち、初段減速電圧 $V_z = 5 \text{ kV}$)とする初段減速型加速管レンズすることにより、① 強いレンズ作用とな

り球面収差係数が 1 柄小さくなること。② 物側焦点位置 Z_{F0} がより加速管に近い位置に移行することにより、前段の磁界レンズの角倍率が小さく抑えられ、加速管レンズの球面収差が電子線開き角 α の 3 乗によって効果的に軽減が図られること。③ 磁界レンズの像側領域が大きくなつたことにより、加速管内に実像を形成する像側領域が大きくなり、球面収差量 $d_{SO} \leq 5 \text{ nm}$ となる加速管レンズの像点 q が $1000 \text{ mm} < q < 1400 \text{ mm}$ の範囲内に形成されることを見出した。

- 電界放出電子銃、初段減速型 ($V_z = 5 \text{ kV}$) 加速管及びその間に磁界レンズを配置した電子光学系において、電子銃の光源の電子線開き角 $\alpha_0 = 1.13 \times 10^{-2} \text{ rad}$ (プローブ電流 $I_p = 20 \text{ nA}$) とする透過型電顕機能の電子光学的輝度 B_3 を解析した。

その解析結果より、例えば電圧比 $K = 10$ (即ち、加速管の入射電子電圧 $V_0 = 30 \text{ kV}$) 及び加速電圧 $V_a = 1000 \text{ kV}$ の動作条件では、 $B_3 = 7.3 \times 10^8 \text{ A/cm}^2 \text{ sr}$ となることが明らかとなつた。

また、最小スポット径を最優先する電子光学的輝度を大きく損なわないプローブ電流 I_p を必要とする走査透過型電顕機能の電子光学的輝度 B_3 を解析した。

その解析結果より、例えば電圧比 $K = 10$ の動作条件では、 $I_p = 0.88 \text{ nA}$ とする $B_3 = 8.1 \times 10^{10} \text{ A/cm}^2 \text{ sr}$ となり、透過型電顕機能の輝度に比べて約 2 柄高い値となることが明らかとなつた。

- 初段減速型 ($V_z = 5 \text{ kV}$) 加速管内の電子軌道について、加速電極 (内径 33 mm) と衝突することが要因となる加速管放電を回避するため、電子銃の光源の最大電子線開き角 $5 \times 10^{-2} \text{ rad}$ における加速管内の電子軌道を解析した。

その解析結果より、電圧比 $K = 10$ (及び加速電圧 $V_a = 1000 \text{ kV}$) において、加速管の球面収差量 $d_{SO} \leq 5 \text{ nm}$ とする場合は電子軌道が加速電極に衝突する危険性がないこと。また、電子銃の光源の最大電子線開き角 $5 \times 10^{-2} \text{ rad}$ について、加速管の出口における電子軌道半径 $h(z)$ $10 \text{ mm} \leq$ 加速電極内径 33 mm となる磁界レンズの動作条件及び電子光学系の最適な操作手順を見出した。

以上の解析結果より、電界放出電子銃、初段減速型 ($V_z = 5 \text{ kV}$) 加速管及びその間に磁界レンズを配置した電子光学系において、透過型電顕機能あるいは走査透過電顕機能として電子光学的輝度を大きく損なわない最適な動作条件が明らかとなつた。

第 7 章では、電界放出電子銃を装備した超高压電子顕微鏡の総合動作特性について述べた。また、新たに超高压電子顕微鏡用電界放出電子銃開発をする際、解決を図るべき電子光学系の最適化にかかる電子光学的課題及び浮遊電磁場変動、機械的振動等の技術的課題について述べた。

超高压電子顕微鏡用加速管に電界放出電子銃を装備した超高压電子顕微鏡における透過像観察、走査透過像観察及び電子光学的輝度測定等の総合動作特性を以下に示す。

- カーボン膜上の金単結晶微粒子の高分解能透過像観察より、金粒子の結晶面と面間隔が (220) 面の 0.144 nm の格子像が観察された。一方、電子の波長 $\lambda (= 8.72 \times 10^{-10} \text{ nm})$ と対物レンズの色収差係数 $C_c (= 3.42 \text{ mm})$ によって決定される理論上の格子分解能 $d = 0.098 \text{ nm}$ となり、理論値に近い分解能が達成された。
- 電圧比 $K = 10$ において、高分解能透過像撮影時の測定輝度 $B_e = 2.1 \times 10^9 \text{ A/cm}^2 \text{ sr}$

となり、理論上の輝度 $B_3 (= 2.3 \times 10^{10} \text{ A/cm}^2 \text{ sr})$ より約1桁低く、従来の LaB₆ 熱電子銃に比べて約2桁高い値となることが明らかとなった。

- 透過像観察と同一試料である金単結晶微粒子の高分解能走査透過像観察より、最小粒子間隔 0.5 nm が観察され、理論的に期待されるスポット径 $d_{\text{total}} = 0.32 \text{ nm}$ に近い分解能が達成された。一方、 10^{-11} A 台のプローブ電流に対して理論的に期待される最小スポット径形成が妨げられていることが明らかとなった。
- 10^{-11} A 台のプローブ電流に対して理論的に期待される走査透過像分解能が妨げられることについて、光軸調整する偏向器の電源リップルや外部浮遊電磁場変動による光源の振れや予め電界放出電子銃を装備することを前提に設計された照射レンズ系が最小スポット径形成を妨げる要因の一つと推察される。

この解決策として、電界放出陰極の光軸を合わせる電子銃部偏向器の電源リップルの影響を軽減するため、現状の代替機能として機械的粗調と電気的微調を組み合わせた軸調整機構を開発すること。対物レンズの最適な収束角 α_{opt} と加速管内のスポットからのビーム角 $\alpha (= \alpha_{\text{opt}} / M)$ に適合した新たな照射レンズ系設計による最適縮小に関連して、電子銃部と同様に照射レンズ系部偏向器の電源リップルの軽減を図ること。加速管以後の照射レンズ系周辺の外部浮遊電磁場の遮蔽強化などの対応の必要性が明らかとなった。

- 電子光学的な一層の改良を図るため、電子銃静電レンズ電極を現状の対称形状 ($t_1 = t_2 = 6.5 \text{ mm}$) から非対称形状 ($t_1 = 6.5 \text{ mm}, t_2 = 1.5 \text{ mm}$) とし、磁界レンズの磁場半値幅 $a = 10 \text{ mm}$ から 30 mm になるようにレンズ・ポールピース形状を大口径、大間隔化し、電子銃静電レンズと磁界レンズの収差低減を検討した。

その結果、電圧比 $K = 10$ における輝度 $B_3 = 8.4 \times 10^9 \text{ A/cm}^2 \text{ sr}$ となり、輝度が約1桁改善される。また、電圧比 $K (8 \leq K \leq 15)$ に対する電子光学系輝度の低下が抑えられ、その電子光学系の最適化を図る余地があることが明らかとなった。

- 最小スポット径形成や電子線の干渉性の確立にかかる機械的振動と外部浮遊電磁場影響を推察する実験を行った。

機械的振動の影響について、超高压電子顕微鏡の強制加振することによる高分解能透過像観察への像障害の確認実験を行った。その結果、顕微鏡本体(あるいは除振ダンパー)の共振周波数 約 2.5 Hz、加速度 約 $1 \times 10^{-3} \text{ cm/sec}^2$ において、金単結晶微粒子面間隔 0.235 nm の格子像障害が発生すること。新たに開発設計する際は、加速管の高さ一定の条件下で加速管の構造強化を図るために大きな断面積となる大口径の加速管を技術開発することなどを含めて、超高压電子顕微鏡の吊り下げ除振構造強化を図ることがあること。

また、外部浮遊電磁場変動の影響について、超高压電子顕微鏡の電子線に平行配置した電線から交流磁場を発生させる像障害の確認実験を行った。その結果、理論上の光軸位置における磁場強度 約 $0.17 \mu\text{T}$ において、カーボン支持膜のコントラスト低下が発生すること。新たに開発設計する際は、加速管、照射系レンズ周辺及び加速管排気する配管開口部などからの浮遊電磁場の浸入を阻止することを含めて、超高压電子顕微鏡の浮遊電磁場の遮蔽強化を図る必要があることが明らかとなった。

以上の総合動作特性より、理論的に期待される電子光学輝度及び走査透過像分解能の達成に關わる今後の課題について、電子光学系軸調整の完結を図る電子銃部の機械的な微動機能及び機械的振動や浮遊電磁場変動等の外的な擾乱を阻止する解決手段を提案した。

8.2 本研究の将来展望

1969年、電界放出電子銃を光源として走査透過型電子顕微鏡に装備して原子レベルの分解能が達成されて以来、電界放出電子銃の安定した動作を超高压電子顕微鏡で実現するには、なお25年近くの年月が経過したことになるが、本開発研究によってようやく安定した1000 kVの電子放出電子ビームを得ることに成功し、超高压電子顕微鏡用電界放出型電子銃が実用域に到達した。

開発した電界放出型電子銃を装備した超高压電子顕微鏡によって、以下に述べるような幾つかの有用な応用研究の展開が期待される。

例えば、電界放出電子銃を搭載した超高压電子顕微鏡による高分解能透過像観察において、ビームエネルギー幅による色収差の小さい電子波によって結像した構造像コントラストが増大する。従って厳密な撮影条件で得られる軽い原子位置が周辺コントラストから間接的に同定できることが期待されることから、高分解能透過像の利用範囲がさらに拡大する可能性がある。

高分解能走査透過像観察において、従来のLaB₆熱電子銃に比べて理論的に約3桁高い輝度が期待されることから、プローブ電流の増加によるS/N比の高い走査透過像観察が可能となる。特に、高分解能走査透過像観察の究極的な目標の一つは、医学、生物学分野に限らず電子線照射に敏感な試料の構造を決定することである。それを実現するには、開発した電界放出電子銃を基礎として、暗視野・走査透過像用環状検出器の高性能化及び電子顕微鏡分野における画像記録・処理手法のさらなる活用などを図ることによって、その目標が達成される可能性がある。

試料を透過した電子のエネルギーを測定して、固体の電子構造や元素分析を行う電子エネルギー損失分光法(EELS)の大きな特徴は、高い空間分解能で局所領域のスペクトラム測定ができることがある。従って、走査透過像観察とEELS法を併用して、細いスポット径で大きなプローブ電流による、即ちサブナノメーターオーダーの分解能で界面や粒界などの状態分析が可能となる。

一方、エネルギー分析に用いる生物試料は、非生物試料と異なり、試料の構成元素の殆どが軽元素から成り、かつ細胞成分の大半は水分であり、切片試料内の原子密度は著しく疎である。その試料を透過した電子をエネルギーフィルターによって分光し、コア・ロス・エネルギー・スペクトルから、求める特定元素特性を示すエネルギー値の電子線を結像するエネルギーフィルター電顕法においても、高輝度かつエネルギー幅が小さな電界放出電子銃との組み合わせが期待される。

電子線ホログラフィーには、電子のエネルギーの不確定性(ばらつき)で決まる時間的干渉性の長さ及び電子の進行方向の不確定性(角度のばらつき)で決まる空間的干渉性の長さが共に必要となることから、より波連の形状が大きくなるような電子銃の一層の高性能化

に帰着する。また、その研究には2つの方向性があり、一つは干渉現象によって電子レンズの収差補正を行い、電子顕微鏡の分解能を越えることである。もう一つは、ホログラフィー干渉計測法によるナノスケール領域での電場、磁場の測定及び量子力学の基礎現象観察することにある。

実際に、2000年には本研究で開発された技術をさらに発展させて、電界放出電子銃と電子波干渉装置(電子線バイプリズム)を備えた、1000 kV 電子波干渉型電子顕微鏡(日立、H-1000FT)が完成した。その主な技術要素は、1)電界放出電子銃制御回路を個別の高圧タンクに収めた3タンク抵抗ケーブル結合として直流・交流を完全分離し、電源リップルや浮遊電磁場変動の影響を回避した。2)電子銃の陰極チップ近傍に磁界レンズを設けて低収差化を図った磁界型電界放出電子銃を開発し、電子ビームの広がりを抑えて加速管レンズ収差を軽減した。3)陰極チップの機械的軸調整を試料ステージを応用した赤外線通信による遠隔操作とした。4)加速管の大口径化による構造強化と同時に、レンズ鏡体を載せる吊り架台を円筒形とし、補強リブを入れて耐震強化することにより、加速管と鏡体の一体化を図ったことなどに集約される。今後、高温超伝導体中の磁束量子の特異な挙動や磁束ピン止め現象の解明が進み、高温超伝導体の実用化を目指した研究が大きく進展すると思われる。

上述の将来展望より、本研究による成果は、高輝度と単色性を有する電界放出型電子銃を装備する超高压電子顕微鏡開発にとどまらず、新機能材料、高機能デバイス及びバイオ科学における新たな技術開発・探索に大きく貢献するツールになる可能性を示唆するものである。

謝辞

本論文をまとめるにあたり、熱心な御指導と御教授を賜りました 名古屋大学 エコトピア科学研究機構 教授 工学博士 市橋幹雄 先生ならびに大学院工学研究科 教授 工学博士 坂 公恭先生、助教授 工学博士 丹司敬義 先生に謹んで感謝の意を表します。

本研究の遂行ならびに本論文の作成にあたり、大局から細部に至るまで終始並々ならぬ熱心な御指導と御教授を賜りました名城大学 理工学部 教授 工学博士 下山 宏 先生ならびに本学 名誉教授 工学博士 日比野 倫夫 先生に謹んで感謝の意を表します。

本研究の遂行にあたり、共同研究者として多大な御協力と御討論を頂きました名城大学 理工学部 教授 工学博士 大江俊美 先生、前 株式会社日立サイエンスシステムズ 設計部 宮内恭一 氏、古河電気工業株式会社 情報・電子研究所 榎本吉夫 氏及び本学 全学技術センター・100万ボルト超高压電子顕微鏡室 荒井重勇 氏に深く感謝の意を表します。

更に、本研究の機会と共に本研究に対して終始有益なる御教示を頂きました 100万ボルト超高压電子顕微鏡運営委員会の 先生方々ならびに愛知工業大学 工学部 助教授 北村 隆 先生、名城大学 理工学部 講師 工学博士 村田英一 先生に謹んで御礼申し上げます。

最後に、開発実験の構想あるいは計画素案の策定に対して貴重な御意見を頂きました本学 名誉教授 工学博士 丸勢 進先生ならびに本論文をまとめるきっかけを与えて頂きました 故 本学 名誉教授 工学博士 桐谷道夫 先生に深く感謝の意を表します。

本研究に関する発表

○印は本人が主に寄与したことを示す

I. 学会誌等

	論 文 題 目	公表の方法及び時期	著 者
	Computer Simulation of Electron Optical Characteristics of Accelerating Tube for High Voltage Electron Microscope	Proc. of SPIE's 1993 Symposium on Charged Particle Optics Vol. 2014, pp. 36-44 (1993)	T. Ohye C. Morita H. Shimoyama
○	Development of flashing system for field emitter of FE gun for HVEM	J. Electron Microsc. Vol. 44, No. 1, pp. 30-34 (1995)	C. Morita S. Arai N. Yokoi K. Miyauchi T. Onai
○	Dependence of Aberration Coefficients of Triode Field Emission Gun on Electrode Geometries for Accelerating and Decelerating Mode	J. Electron Microsc. Vol. 44, No. 5, pp. 319-325 (1995)	C. Morita T. Ohye H. Shimoyama
○	Optimization of the Operating Condition of the Accelerating Tube for the High Voltage Electron Microscope Equipped with the Field Emission Gun	Nucl. Instr. and Meth. in Phys., Res. A 363, pp. 291-294 (1995)	C. Morita T. Ohye H. Shimoyama
○	Optimization of Operating Condition for the FE Gun System of HVEM	J. Elecrton Microsc. Vol. 45, No. 5, pp. 372-379 (1996)	C. Morita T. Ohye H. Shimoyama
○	Development of battery charging system for the FE gun system of HVEM	J. Electron Microsc. Vol. 49, No. 6, pp. 745-752 (2000)	C. Morita S. Arai M. Miyauchi T. Onai H. Shimoyama
○	Development of remote control and monitoring system for the FE gun in HVEM	J. Electron Microsc. Vol. 52, No. 3, pp. 245-254 (2003)	C. Morita S. Arai Y. Enomoto M. Miyauchi H. Shimoyama

II. 国際会議

論文題目	公表の方法及び時期	著者
Development of Field Emission Gun for 1MV electron microscope	Hawaii Seminar on EM, pp. 21-22 (1987)	H. Shimoyama C. Morita S. Arai K. Miyauchi T. Onai I. Matsui T. Katsuta M. Kubozoe
Development of Field Emission Gun for High Voltage Electron Microscope	Int. Symp. on New Directions and Future Aspects of HVEM pp. 8-9 (1990)	H. Shimoyama C. Morita S. Arai N. Yokoi K. Miyauchi T. Onai I. Matsui T. Katsuta Y. Enomoto
Development of Field Emission Gun for High Voltage Electron Microscope	Proc. 12th Int. Cong. on Electron Microscopy Seattle Vol. 1, pp. 604-605 (1990)	H. Shimoyama C. Morita S. Arai N. Yokoi K. Miyauchi T. Onai I. Matsui T. Katsuta Y. Enomoto
Aberrations of Accelerating Tube for High-Voltage Electron Microscope	Proc. 12th Int. Cong. on Electron Microscopy Seattle Vol. 1, pp. 194-195 (1990)	T. Ohye Y. Uchikawa C. Morita H. Shimoyama
Improvement of Brightness Characteristics of Field Emission Gun for HVEM	Proc. 13th Int. Cong. on Electron Microscopy Paris pp. 241-242 (1994)	T. Ohye C. Morita H. Shimoyama
Improvement of a field emission gun system installed on high voltage electron microscope	Proc. 14th Int. Cong. on Electron Microscopy Cancun pp. 285-286 (1998)	C. Morita S. Arai T. Kuroyanagi K. Miyauchi T. Onai H. Shimoyama

III. 特許

特開 2001-216932 超高圧電子顕微鏡用耐圧光ファイバー	平成13年6月9日	森田千明 日比野倫夫 下山 宏
-------------------------------------	-----------	-----------------------