

# 日立HFS-2形 電界放射形超高分解能走査顕微鏡

## Hitachi HFS-2 Field Emission Type Ultra High Resolution Scanning Electron Microscope

Hitachi commercialized recently an ultra high resolution scanning electron microscope which employs a novel type electron gun incorporating the principle of field emission. Compared with the conventional thermal emission type electron guns this field emission type electron gun has a three figure higher brightness, making it possible to improve its secondary electronic image resolution from 100Å to 30Å.

To obtain stabilized field emission currents, it is necessary to keep the vacuum of the electron gun at  $10^{-10}$  Torr, and for this purpose, in our instrument, ion pumps are arranged around the electron gun chamber. The ion pumps are also installed in the specimen chamber for the purpose of protecting specimens from contamination. By the arrangements like this our ultra high vacuum system has succeeded to keep the vacuum at  $10^{-7}$  Torr or lower levels. This microscope is also provided with an electron beam monitor which prevents image deterioration due to fluctuation of the field emission current. By this ultra high resolution microscope it has become possible to observe directly evaporated fine gold particles, epitaxial layers of GaAs, etc.

齊藤尚武\* Syobu Saitō  
柿沼行雄\* Yukio Kakinuma  
菰田 孜\*\* Tsutomu Komoda  
戸所秀男\*\* Hideo Todokoro  
野村節生\*\*\* Setsuo Nomura

### 1 緒 言

電界放射形走査電子顕微鏡は、アメリカ・シカゴ大学のクリュー(Crewe)<sup>(1)-(3)</sup>が開発した超高分解能走査形電子顕微鏡である。これによって初めて原子像を観察し一躍有名になった。

現在、電子銃は熱電子放射形電子銃(以下、熱電子銃と略す)に代わって電界放射の原理を用いたものを使用している。

一般に金属を針のようにとがらせ、これと対向した電極との間に電圧を印加すると、針先に強い電界が生じ加熱しなくても電子が放出される。これが電界放射(フィールドエミッション、またはFEと略す)の現象である。

電界放射形電子銃は熱電子銃に比べて輝度(電子流密度)がきわめて高く、光源が小さい(点電子源)、加熱しないので寿命が長いなどの特長があり、これを走査形電子顕微鏡(以下、走査形電顕と略す)に用いると分解能を飛躍的に向上することができる。クリューは主として透過像を観察する走査形電顕を開発したが、日立製作所では同じ原理の電子銃を用いて二次電子像を形成させる表面観察用の走査形電顕を開発した。これは超微細表面構造(30Å)の研究分野(特に医学、生物)がいまだに未開拓のままであったからである。

図1は、HFS-2形の外観を示すものである。本装置で得られた主要性能は下記のとおりである。

- (1)分解能  
 二次電子像 30Å  
 透過電子像 15Å  
 テレビ走査像 150Å
- (2)加速電圧 1~25kV  
 (3)倍率 20~250,000  
 (4)真空度  
 電子銃室  $5 \times 10^{-10}$  Torr  
 試料室  $5 \times 10^{-7}$  Torr

以下、電界放射の原理、電子銃の構造、特性について述べ、さらにHFS-2形の構成、特長および観察例を述べる。

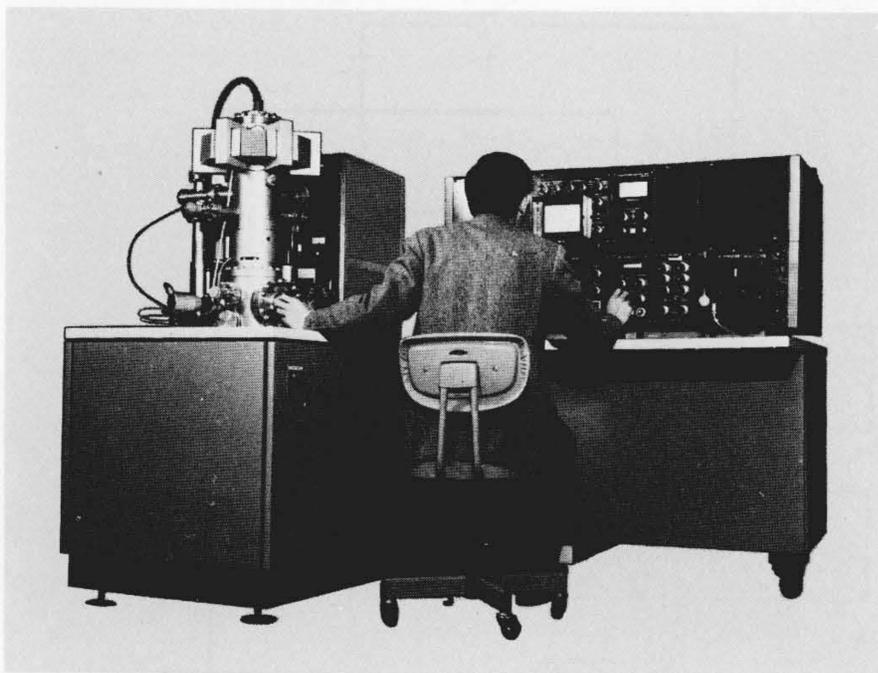


図1 HFS-2形電界放射形超高分解能走査電子顕微鏡 HFS-2形電子顕微鏡の外観を示すもので、左は顕微鏡本体(高さ1,400×幅900×奥行700(mm))、右はディスプレイ部(高さ1,320×幅1,200×奥行1,200(mm))である。

Fig. 1 Model HFS-2 Ultra-High Resolution Scanning Electron Microscope

\* 日立製作所那珂工場 \*\* 日立製作所中央研究所 \*\*\* 日立製作所中央研究所 工学博士

## 2 電界放射形電子銃

### 2.1 電界電子放射の原理

一般に、金属表面に $10^7\text{V/mm}$ 程度の強い負電界を印加すると表面から電子が放出される。これが電界電子放射である。 $10^7\text{V/mm}$ の電界は、金属を針先のように研磨することで容易に得られ、この針先をチップと呼ぶ。いまチップ先端の曲率半径を $R$ 、チップ(陰極)と対向しておかれた陽極との間に印加する電圧を $V_1$ とすると、チップ先端の電界強度 $E$ は、

$$E \sim V_1/5R \dots \dots \dots (1)$$

で与えられる。図2は実際のチップの写真で、 $R=1,000\text{\AA}$ であり、 $V_1=2.5\text{kV}$ を印加すると電界電子放射が生ずる。

図3はタングステンチップ先端から電界放射された電子のフィールドエミッション(FEM)像<sup>(4)</sup>である。特徴的な濃淡模様はチップ先端の結晶面に応じて仕事関数が異なるために生ずるものである。実際には光軸方向にFEM像のいちばん明るい部分が一致するようなチップの結晶面を選ぶ。このためタングステンチップでは、(310)あるいは(111)単結晶を使用している。

以下、従来の熱電子銃と比較してその特徴をまとめると、

#### (1) 点電子源

電子の放射領域が小さく、チップが室温であるため電子の発散角が小さく、光源の大きさは半径 $10\text{\AA}$ 程度である。ヘアピン形熱電子銃の約 $15\mu\phi$ に比べきわめて小さい。

#### (2) 高輝度

熱電子銃の輝度はフィラメント加熱温度( $\sim 3000^\circ\text{K}$ )に制限され限界がある。電界放射の場合は印加電圧( $V_1$ )によって増加するので高い輝度が得られ、その値は $100\text{kV}$ に換算して約 $5 \times 10^9\text{A/cm}^2\text{Sr}^{(5)}$ である。この値は熱電子銃の最高値約 $1 \times 10^6\text{A/cm}^2\text{Sr}$ 、ランタンヘキサボライド( $\text{LaB}_6$ )形電子銃の最高値 $1 \times 10^7\text{A/cm}^2\text{Sr}$ に比べ2~3けたも高い。

#### (3) 単色性

チップ温度が低い(室温)ため、エネルギーのそろった電子線が得られる。実験<sup>(6)</sup>によればそのエネルギー幅が $\sim 0.2\text{V}$ である。熱電子銃の場合、理想状態で $\sim 0.6\text{V}$ 、輝度を上げた場合は $2\sim 3\text{V}$ まで増加し、色収差や可干渉性の点で不利である。

#### (4) 長寿命

寿命はチップが室温であるため、原理的には半永久的である。

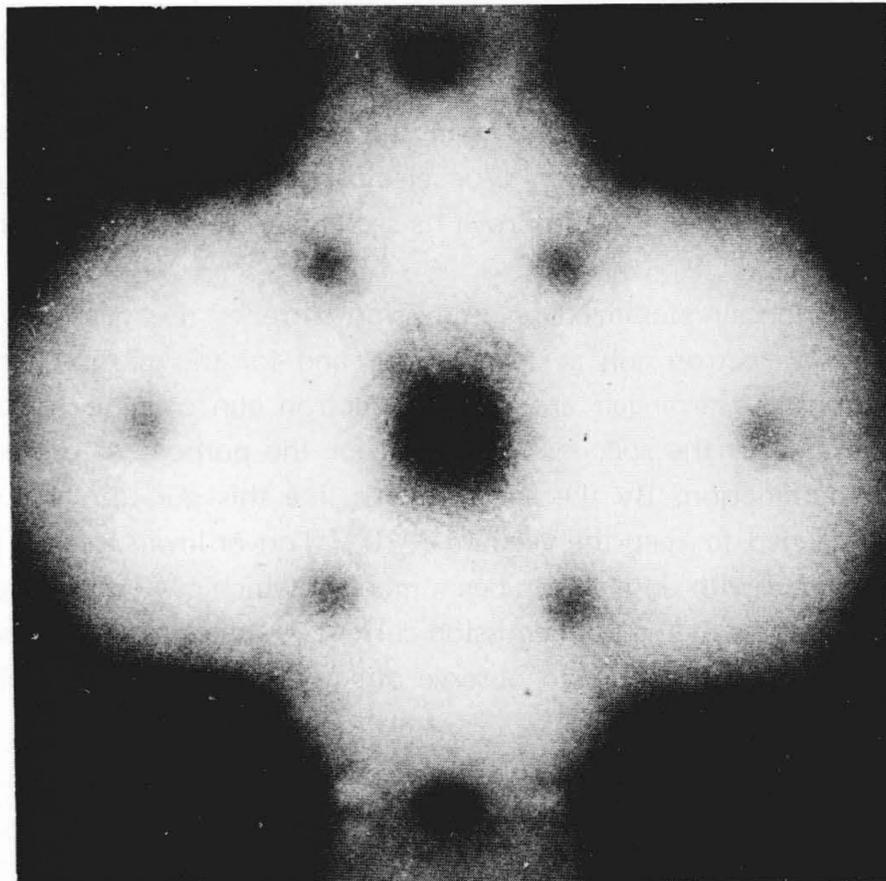


図3 フィールドエミッション像(FEM) フィールドエミッションをけい光板上に映し出したものである。

Fig. 3 Field Emission Pattern

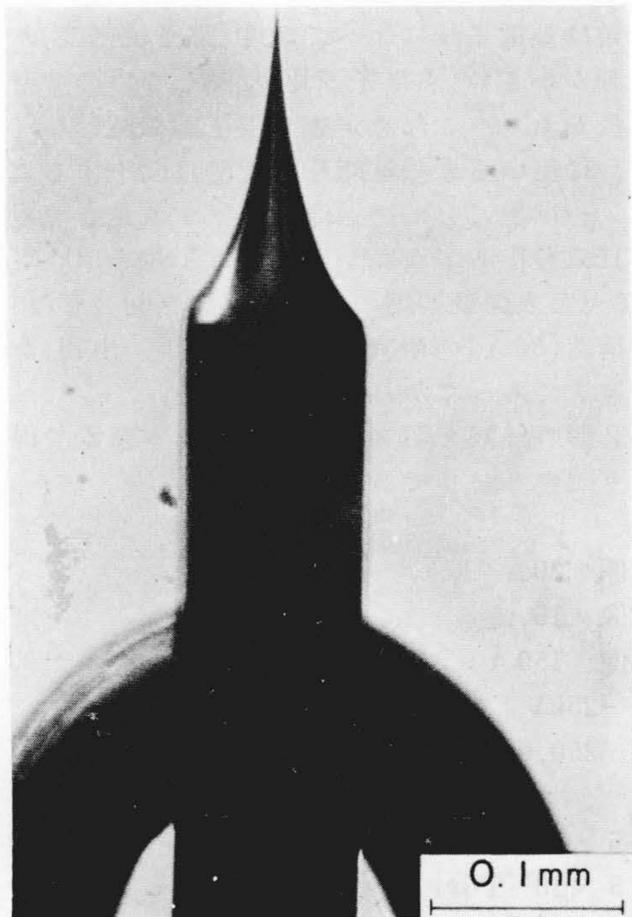


図2 電界放射用チップの光学顕微鏡像 タングステン線を電界研磨して先端の曲率半径を約 $1,000\text{\AA}$ にしたものである。先端から電子放射される。

Fig. 2 Optical Microscopic Image of Tip of Field Emission

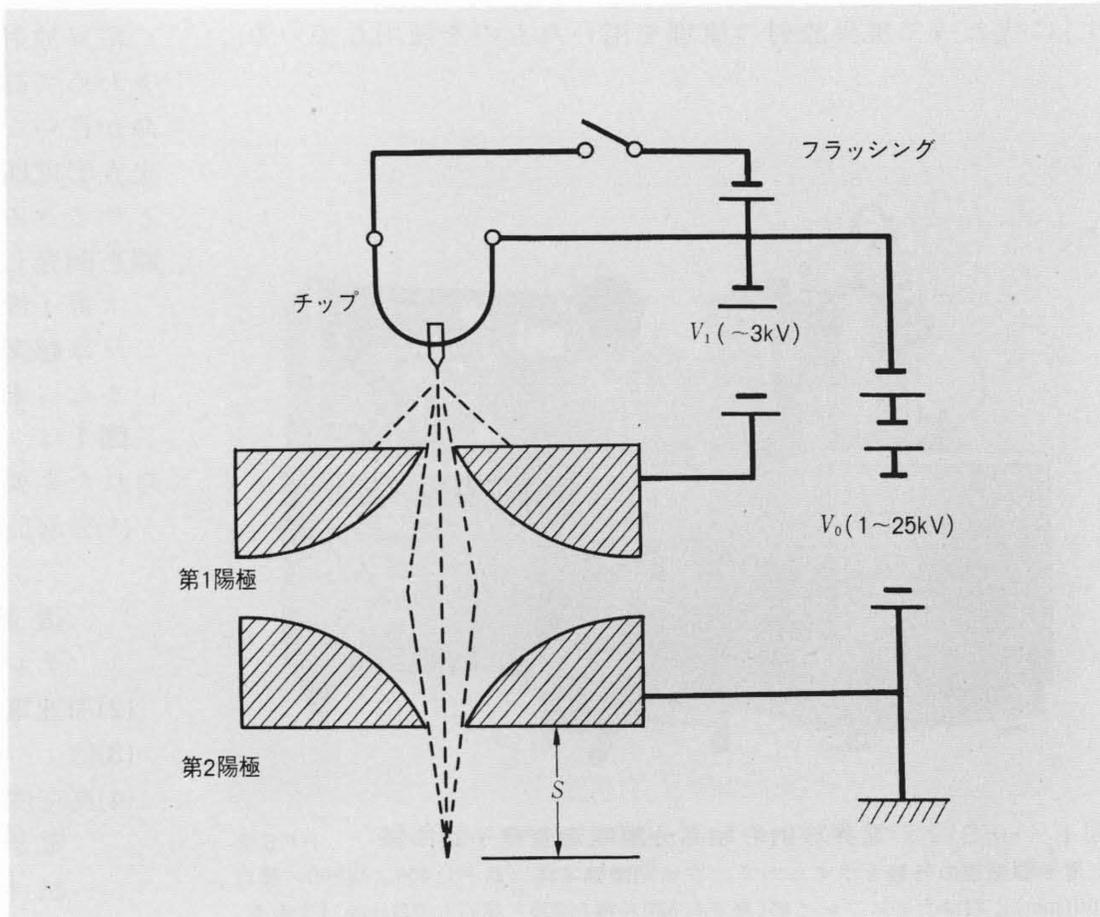


図4 電界放射形電子銃の構成 電子銃はチップと2枚の陽極から構成されている。チップと第1陽極間に $V_1$ 電圧が、チップと第2陽極間に $V_0$ 電圧が印加される。

Fig. 4 Construction of Field Emission Electron Gun

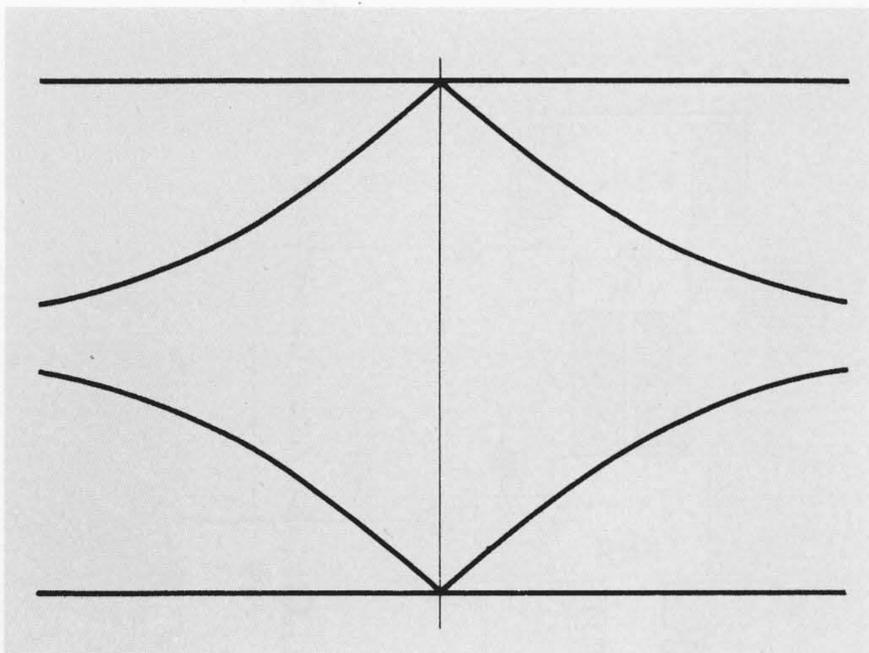


図5 電界放射形電子銃の陽極形状 第1および第2陽極の形状は、収差が最小になるように計算されている。

Fig. 5 Anode Shape of Field Emission Electron Gun

る。寿命はフラッシング操作で、チップ先端がしだいに鈍化し、陽極電圧( $V_1$ )がある一定値(5kV)を越えた場合をいう、HFS-2の場合、ほぼ1年近く使用した例もあり、少なくとも6ヶ月以上の寿命を有する。

### 2.2 電界放射形電子銃の構造

図4は、電界放射形電子銃の基本的な構成を示すものである。電子銃はチップと2枚の陽極で構成されている。第1陽極とチップの間に電界放射電圧 $V_1$ を印加し、第2陽極とチップの間に加速電圧 $V_0$ (1~25kV)を印加する。チップからの放射電子流のうち、第1陽極の中心孔を通り抜けた電子はさらに第2陽極によって加速され、下方Sに収束し微小スポット(100Å)を得る。チップと第1、第2陽極は全体として1個の静電レンズを形成する。このレンズの収差を小さくするために図5のような特殊形状の陽極を用いた。<sup>(6)</sup>

### 3 HFS-2形の構成

HFS-2形は二次電子像観察を主目的に設計されたものである。その構成は鏡体、排気系および電気系(ディスプレイ部)に大別することができる(図1)。

#### 3.1 鏡体の構造

鏡体の構成は図6に示すとおりである。鏡体は電界放射形電子銃、中間室、レンズ系および試料室と試料交換室より構成されている。鏡体全体は真空中に3室に分割され、各室は小径の絞り穴によりしゃ断され、それぞれが独立したイオンポンプにより排気されている。電子銃室の $10^{-10}$ Torrに対し中間室 $10^{-8}$ Torr、試料室 $10^{-7}$ Torrに排気され、たとえ試料室が $10^{-5}$ Torrまで真空が低下しても電子銃には影響がない構造としてある。

##### 3.1.1 電子銃室

電界放射電流安定化の点から $10^{-10}$ Torrの超高真空が必要である。これはチップ表面に真空中の残留ガスが吸着し、見かけ上の仕事関数や電界強度を変え、エミッション電流を変化させるからである。図7は電界放射電流の一般的な経時変化<sup>(5)</sup>の様子を示したものである。この変化は主としてチップ表面にガスが吸着するために生じたもので、そのまま放置すると変動が激しくなり、ついには放電現象のような大電流が流れてチップが破壊される。これを防止するために時々チップを加熱(フラッシング)して表面吸着ガスを追い出すクリーニングが必要である。図7の経時変化は真空度が高くなるに従って安定になる。また短時間のエミッション電流の変動(ノイズ)も1~2%<sup>(6)</sup>に落ち着く。このことから電子銃室はポンプの排気効率を高めるために、ポンプを直接電子銃室に取り付ける構造としてある。このため、大気圧から $10^{-10}$ Torrまでの排気はベーキング(自動)を含め12時間以内で可能である。

電子銃室内には電子源であるチップを2個内蔵しており、真空を破ることなくチップ交換が可能である。したがって、前述したチップの寿命から考えて電子銃室は1年以上開く必要がなく、軸合せ操作や保守操作が不要である。

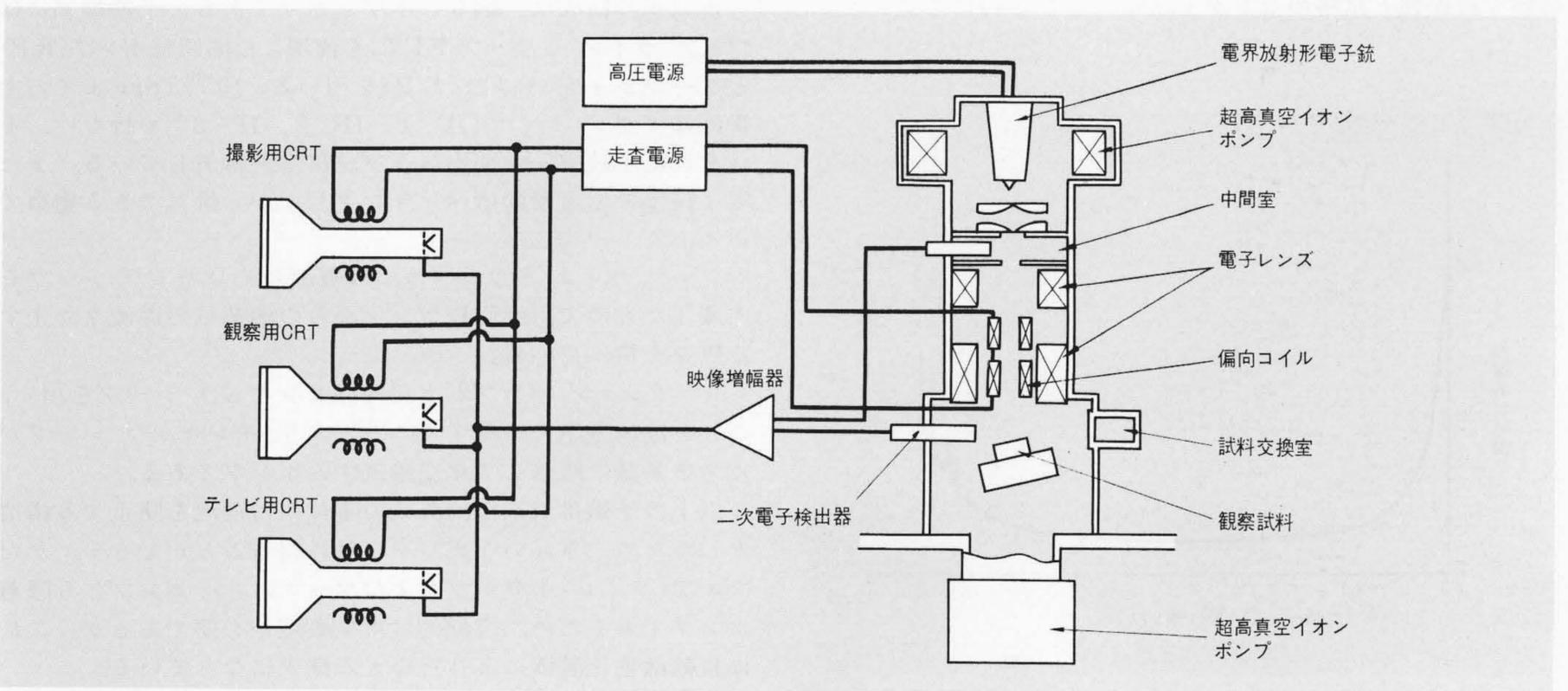


図6 HFS-2形本体構成図 鏡体および電気系の構成を示す。電子銃から放射された電子は電子レンズで細く絞られ、偏向コイルで偏向されて試料上を走査する。

Fig. 6 Column and Electrical System

### 3.1.2 中間室

中間室は電子銃室とレンズ系間にある室で、真真空的に差動排気を行なう目的と、電子銃室のエアロック装置、ビームモニタ装置および可動絞りを組み込んだ構造である。

可動絞りは超高真空内で使われているため、電子線による汚染が少なく、1年以上クリーニングの必要はない。またクリーニングの場合、エアロック装置により、電子銃室の真真空に影響を与えることなく可能である。

### 3.1.3 レンズ系

レンズ系は2段縮小レンズ系である。原理的には電界放射形電子銃だけで100Åのビームスポットが得られるので、その下に1個の電子レンズを付けて縮小することで容易に高分解能が得られる。しかも輝度が高いのでスポット径を小さくしても、十分に大きなビーム電流が得られる。電子銃の輝度を $R$ 、ビームスポット半径を $r$ 、ビーム照射角を $\beta$ とすると、およそのビーム電流 $I_s$ は、

$$I_s = \pi^2 \cdot R \cdot r^2 \cdot \beta^2 \dots\dots\dots (2)$$

で与えられる。いま $R = 1 \times 10^8 \text{ A/cm}^2 \cdot \text{Sr}$ 、 $r = 2 \text{ \AA}$ 、 $\beta = 1 \times 10^{-2} \text{ rad}$ とすると、 $I_s = 4 \times 10^{-11} \text{ A}$ の電流が得られる。この値は走査形電顕における試料走査電流として十分大きな値である。つまり電子銃と1個の電子レンズで数オングストロームの分解能を持つ走査形電顕が原理的に可能である。しかし上記の条件を満足させるためには、常にチップ先端の曲率半径、すなわち印加電圧( $V_1$ )を一定の値に保たなければならず、実際の使用にはきびしい制約となる。そこでHFS-2形では電子銃と対物レンズの間にもう一つの収束レンズを設け、走査試料電流の大きさを広範囲に可変できる構造とした。これにより高分解能観察時のスポット径20~30Å、 $I_s = 1 \sim 5 \times 10^{-11} \text{ A}$ に対し、大電流を必要とするテレビ観察やX線分析の場合は100~200Å、 $I_s = 1 \sim 3 \times 10^{-9} \text{ A}$ まで可変でき、操作性は大幅に向上している。

電子線走査用偏向コイルには2段の電磁方式を採用し、通常の電子線走査(Slow Scan)から、テレビ像観察時の速い走査(TV-Scan)まで同一のコイルでできる構造としてある。

### 3.1.4 試料ステージおよび試料交換

試料室内に組み込んだ試料ステージは、超高分解能観察に必要な耐振性と試料のコンタミネーションを特に考慮した構

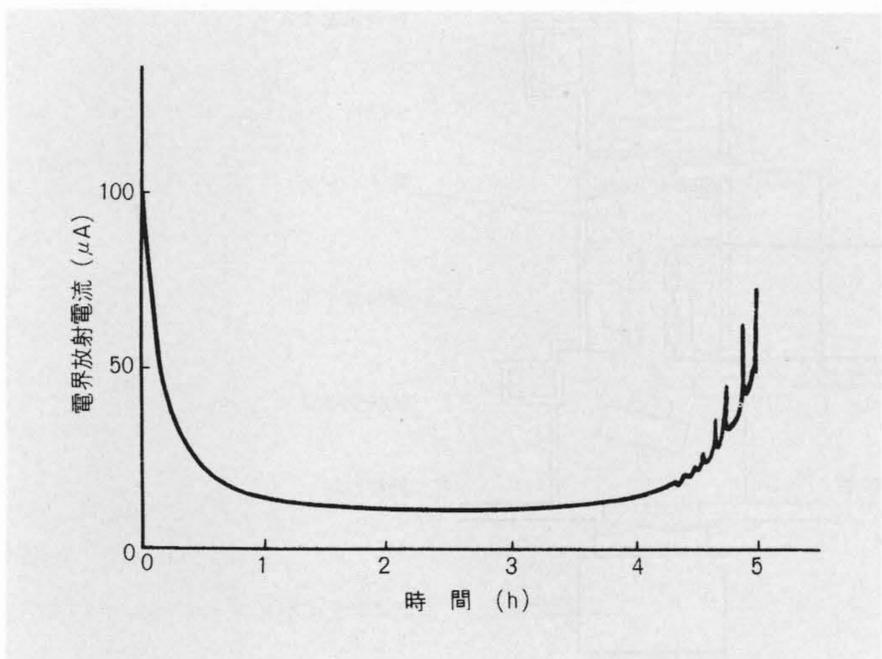


図7 電界放射電流の経時変化 電界放射電流の経時変化の傾向を示したものであり、時間とともに変化してゆく様子を示している。

Fig. 7 Aging of Field Emission Current

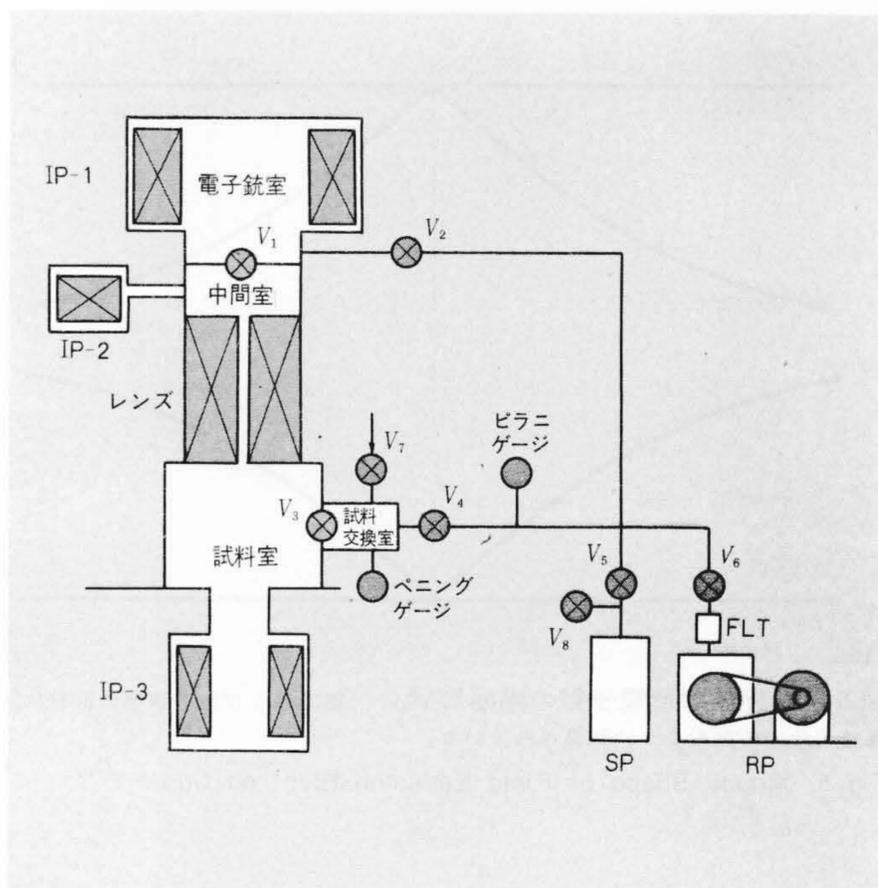


図8 排気系統図 イオンポンプ、ソーブションポンプ、油回転ポンプおよびバルブにより、鏡体は超高真真空に排気される。

Fig. 8 Vacuum System

造とし、かつ超高真真空に適した材料の選択と組合せを行なっている。試料はX、Y方向に±7mm、傾斜0~45度と可変でき、試料回転(360度)も可能である。試料サイズは、表面観察の目的から20mmφ、厚さ8mmと大きくしてある。

試料交換装置は、交換室、エアロック装置および交換機構より構成されている。試料は交換室内で予備排気され、エアロック装置を開いて交換機構により試料室内に出し入れできる。交換機構はPush-Pullのワンタッチ方式で操作は簡単である。試料交換に必要な時間は3~5分であり、特に予備排気されたきれいな試料においては3分以内で可能である。

### 3.2 排気系の構成

排気系の構成は、図8に示すとおりである。予備排気にはフォアライントラップ(F.L.T.)を使用した油回転ポンプ(R.P.)とソーブションポンプ(S.P.)を用いる。 $10^{-10} \text{ Torr}$ までの主排気はイオンポンプ(IP-1、IP-2、IP-3)で行ない、それぞれ電子銃室、中間室および試料室を排気している。また電子銃室のみ自動的にベーキングしながら排気できる構造である。

フォアライントラップは、吸着剤のモレキュラシーブを内蔵したもので、油回転ポンプからの油蒸気の逆流を防止する働きを持っている。

ソーブションポンプも上記同様モレキュラシーブを用い、これを液体窒素で冷却することにより、モレキュラシーブがガスを多量に吸着して真真空排気するポンプである。

以上の子備排気系は油蒸気の本体への逆流を防止する構造としたため、きれいな真真空を容易に得ることができる。またフォアライントラップおよびソーブションポンプとも吸着ポンプであるため、定期的に再生処理が必要であるが、これは自動活性化装置により行なえる構成になっている。

イオンポンプはチタン(陰極)のスパッタとゲッタ作用で超高分解能排気を行なうポンプである。原理的には真真空計に使われているペニングと同じであり、通電しておくことのみでそ

の排気作用は続けられ、音は出さず、停電対策も完全に施されている。ポンプの寿命はチタンの消費量で決まるが、 $10^{-6}$  Torrで25,000~40,000時間あり、真空度が1けた向上することによりその寿命も約1けた延びる。したがって本装置の場合、寿命はほとんど問題にならないほど長いと考える。

### 3.3 電気系(ディスプレイ部)

電気系の電子回路はすべてソリッド ステート化され、回路は各機能別にユニット化されている。各ユニットは、他機種の走査電顕(HHS-2RやHSM-2B)と共用できるものである。

HFS-2形特有のユニットは、電界放射電子銃用高圧制御電源ユニット、ビーム モニタからの信号と試料からの信号とを処理する映像増幅器およびバキューム シーケンス ユニットだけである。図6は、電気系のブロック ダイアグラムを示すものである。電気系をユニット化し他機種との共通化を図ったことにより、標準の形で多機能の画面モードが盛り込まれたこと、また低高倍率同時表示装置やテレビ スキャン、試料

電流計、X線用コンバータなど多くの付属装置が共通に使用できる利点がある。

### 4 応用例

以下にHFS-2形走査電顕で観察した撮影例を示すことにする。

図9は走査形電顕の分解能試料として一般によく用いられる磁気テープの観察例で、磁気テープ上に蒸着した $30\text{\AA}$ の金粒子がはっきり見えている。図10はIBM社で発売しているひ化ガリウムを母体として、これにひ化ガリウムりんを層状にエピタキシャル生長させた試料で、最小層間隔は $150\text{\AA}$ である。図11はまっこう鯨の脳筋である。コラーゲン繊維の横紋構造が表面の凹凸(おうとつ)として約 $700\text{\AA}$ のしま模様で観察される。図12は内耳の一部を示すものである。多くの階段状構造を有するStereocilia(不動絨(じゅう)毛)と、太く長い1本のKinocilium(運動絨毛)が存在しており、また細胞表面には多数のMicrovilli(微細絨毛)が認められる。図13は細

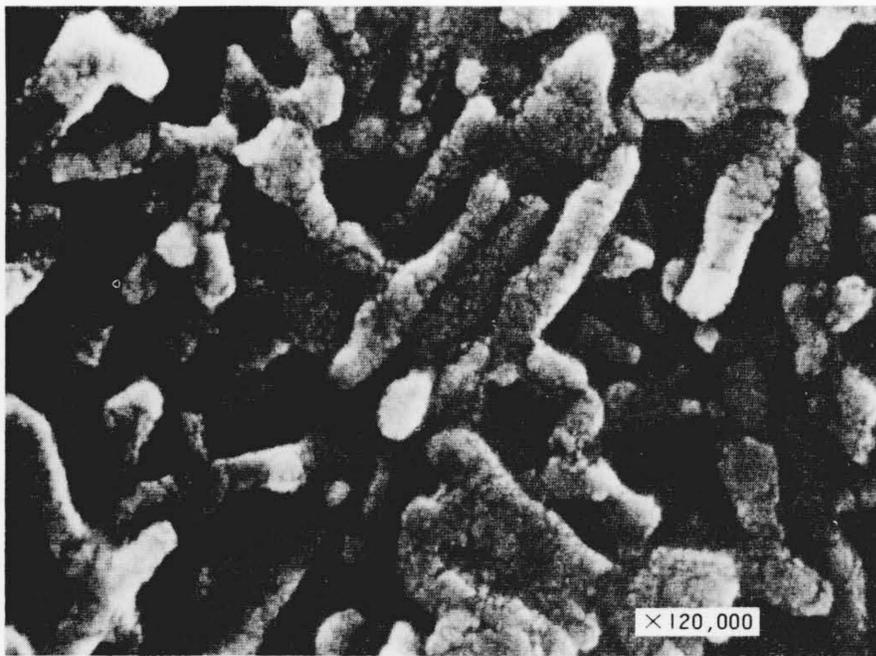


図9 磁気テープの二次電子像 磁気テープ上に金蒸着し、その表面を観察した。 $30\text{\AA}$ 以下の粒子がはっきり見える(25kV)。

Fig. 9 Secondary Electron Image of Magnetic Tap

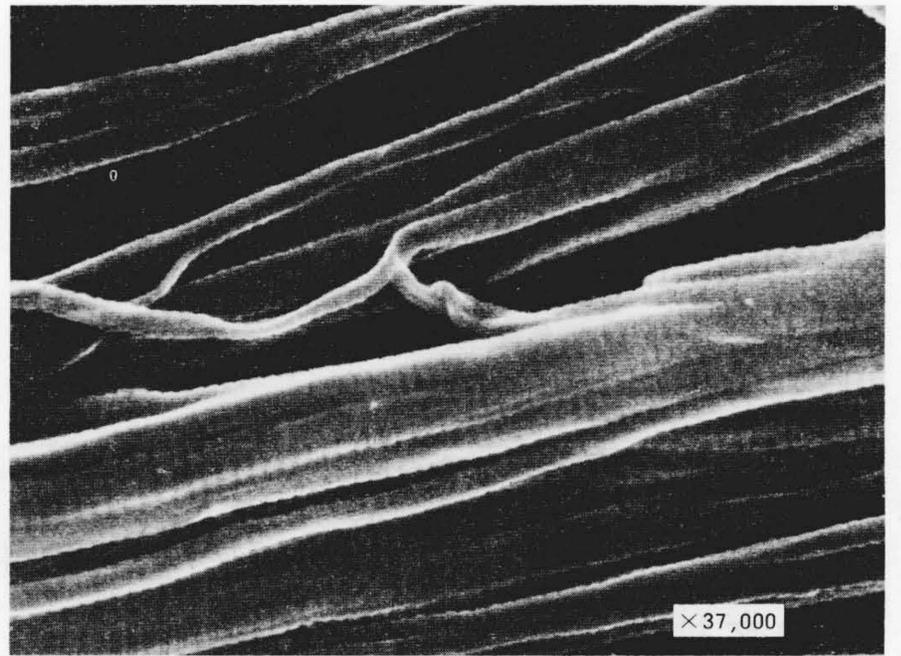


図11 まっこう鯨の脳筋(兵庫県繊維工業指導所岡本氏提供) コラーゲン繊維の横紋構造が約 $700\text{\AA}$ のしま模様として観察される。

Fig. 11 Collagen Fibers of Sperm Whale

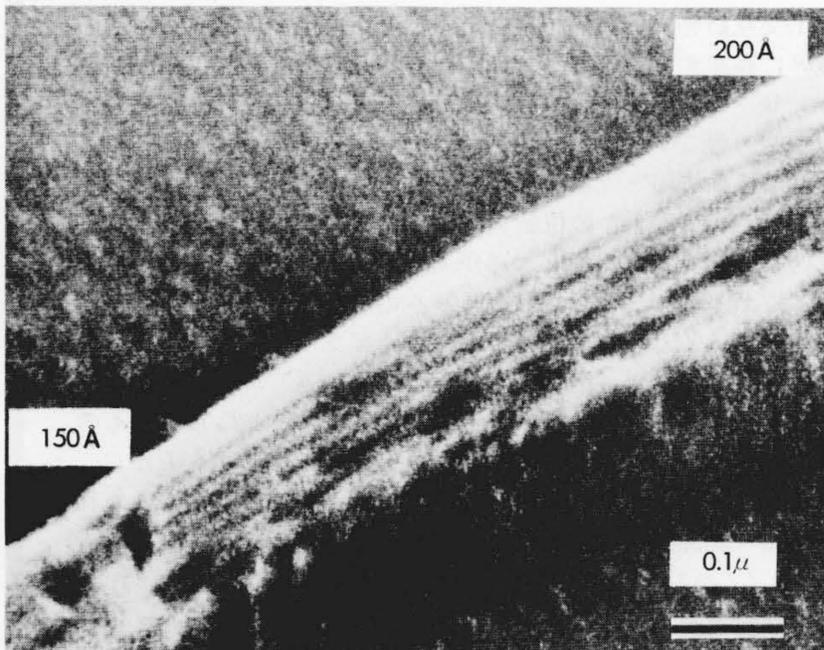


図10 ひ化ガリウムのエピタキシャル層 ひ化ガリウムを母体として、これにひ化ガリウムりんを層状にエピタキシャル生長させたものである(最小層間隔は $150\text{\AA}$ (IBM社試料))。

Fig. 10 Epitaxial layer of GaAs, Prepared by I.B.M.  $150\text{\AA}$

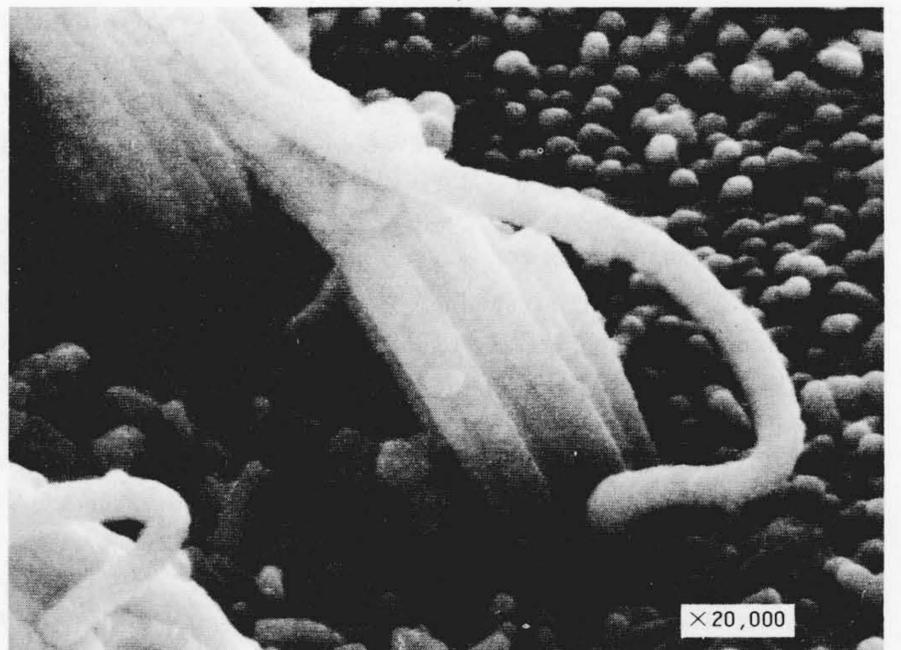


図12 モルモットの内耳部分(岡山大学 田中先生ならびに滝口教授提供) 多くの階段状構造を有するStereociliaと、太くて長い1本のKinociliumが存在しており、また細胞表面には多数のMicrovilliが認められる。

Fig. 12 A Port of Internal Ear  $\times 20,000$

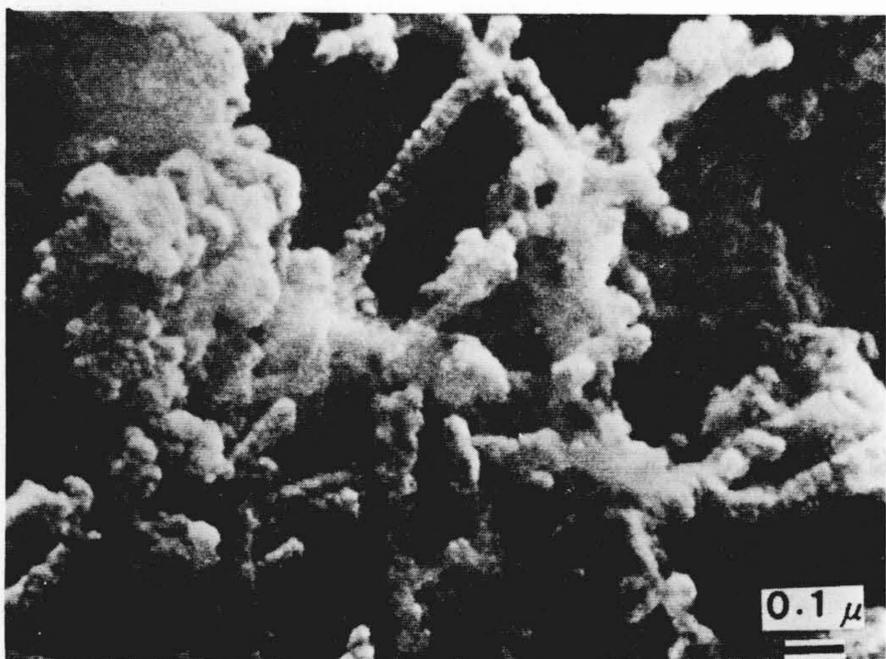


図13 細胞核内の染色糸(鳥取大学 田中敬一教授提供) 二重らせん構造をした染色糸がはっきりと観察される(樹脂冷凍切断法による)。

Fig. 13 DNA In Nucleus

胞核内の染色糸を示すものである。試料は樹脂冷凍切断法により作製されたもので、二重らせん構造をした染色糸がはっきり観察される。

### 5 結 言

以上、電界放射形走査電顕の原理、構造、特長などにつき主要な点を述べた。長年電子装置の電子源として使われてきた熱電子放射形電子銃に代わって、全く新しい原理の電界電

子放射が実用されるに至って、走査形電顕の性能が飛躍的に向上した。HFS-2形の製品化により、二次電子像で30Åという世界最初の高分解能が得られ、電界放射形走査電顕の高分解能性が実証された。

電界放射形走査電顕は、超高真空技術、電界放射技術などの全く新しい技術の上に成り立っている。今後これらの技術の進歩により、さらに高性能でしかも操作性の良い装置に発展してゆくことが期待される。また世界で初めて電界放射形超高分解能走査電顕として市販されたHFS-2形は、その超高分解能性をもって、新しい応用研究分野に先鞭(べん)をつけたわけで、これにより、これからの応用分野や市場が大きく変化してゆくものと思われる。この意味から新しい試料作製技術と応用技術の開発が必要である。

本装置の完成にあたっては、各方面のかたがたから多大のご援助とご指導をいただいた。ここに厚く謝意を表わす次第である。

### 参考文献

- (1) A. V. Crewe, R. S. I. 40, 241, (1969)
- (2) A. V. Crewe, Quart. Rev. Biophys., 3, 137, (1970-1)
- (3) A. V. Crewe, Microscopie Electronique, 1, 467, (1970-2)
- (4) 野村, 菰田 Field Emission電流の特性, 第207回電顕学会予稿集, A-II-4, 4, (1971)
- (5) Komoda, Tonomura, Int. Conf. Electron Microscopy 2 (1970)
- (6) A. V. Crewe, J. Wall, J. Appl. Phys., 39, 13, 5861, (1968)

### 論文抄録

## 複合磁性線における磁壁クリープ特性

日立製作所 伊藤清男・斎藤延男  
電子通信学会誌 55-11, 602 (昭47-11)

磁性線メモリで情報破壊の原因となる交互妨害による磁壁クリープの動的観測結果と、それを基にした交互妨害機構の解明に関する報告である。

磁壁クリープは大別して三つに分類される。第一は容易軸方向磁界の存在のもとに、困難軸方向にパルスあるいは交流磁界を多数回加えた場合のクリープである。第二は困難軸方向だけの磁界でもクリープを起こす、いわゆる“wall streaming”あるいは“worm motion”と低周波クリープと称する磁壁クリープである。第三は交互妨害と称する妨害により起こるクリープである。これは困難軸と容易軸方向に加える磁界を、異なる位相で交互に加えた場合に問題となるクリープで、ユニポーラ駆動磁性線メモリでは特に有害な妨害であるが、その妨害機構は明らかではない。筆者らは0.1φ銀銅線上にパーマロイとCo-Niを交互に4層に電着した複合磁性線( $H_K=10\text{Oe}$ ,  $H_C=7.4\text{Oe}$ )を用いて、妨害パルスによってクリープ

が起こりつつある磁壁をビッター法で直接観測し、交互妨害機構の解明に手がかりを与える次の実験結果を得た。(1)交互妨害による情報破壊は、ビットの境界に存在する磁壁の運動によるものである。ビット内部に逆磁区の芽が発生して情報破壊を起こすのではない。(2)ワード電流( $I_w$ )を単独に印加しても、磁壁は線の軸方向に最大±1μ程度振動する。この挙動は交互妨害に強い影響を与える。(3)交互妨害に対するディジット電流( $I_D$ )にはしきい値(〜120mA)がある。このしきい値以上では、 $I_D$ が大なるほどクリープは促進される。(4)交互妨害によるクリープは、 $I_w$ を徐々に増加していくと、 $I_w=250\sim 300\text{mA}$ から始まり、それ以上ではクリープは増大していくが、 $I_w=600\sim 800\text{mA}$ 以上では逆にクリープは起こりにくくなる。これらの現象と直流の困難軸方向磁界を加えた磁壁のコントラストの観測結果から、交互妨害には、Bloch磁壁ならびにNéel磁壁間の磁壁の遷移と局所的磁壁抗磁力が強

い影響を与えていることがわかった。

以上から従来不明のままになっていた交互妨害は、以下に示す機構で起こるものと考えられる。まず $I_D$ により局所的磁壁抗磁力に打ち勝って磁壁は進行するが、あるポテンシャルの山にくると進行は停止する。次に $I_D$ がしゃ断されると、エネルギー最小の位置に磁壁は落ち着く。次に印加される $I_w$ による低周波クリープによって磁壁は上記ポテンシャルの山を飛び越す。 $I_w$ しゃ断後、次の $I_D$ によってさらに次の安定位置に進行する。以上のくり返しで磁壁は進行する。なお $I_D$ による磁壁移動と $I_w$ によるものは全く別の機構によるものであるから、 $I_D$ による移動に対する障害物は $I_w$ による移動に対して必ずしも障害物にならないと考えてよいであろう。

その他、磁壁クリープの $I_D$ のパルス幅依存性、実用化上重要なパラメータである、ブレイク電流の妨害回数依存性などにも言及した。