HHS-2R形高性能走査電子顕微鏡 Model HHS-2R Scanning Electron Microscope

Model HHS-2R high resolution scanning electron microscope, which has been commercialized recently, features easy operation which has been realized by diversification and automatization of signal processing modes. Outline specifications of this microscope are: accelerating voltage, 1 - 30 kV (switched over in 8 steps); magnification, 20 - 200,000 times; and guaranteed resolution, 100Å. Another feature is that its maneuverability has been much improved through such arrangements as full automatization of the evacuation system and provision of the γ controlling amplifier for image tone control. Micrographs taken by this electron microscope are shown in the article.

神田公生*	Kimio Kanda
垣内秀行*	Hideyuki Kakiuchi
山田 理*	Osamu Yamada
南川佳久**	Yoshihisa Minamikawa
奥村正秀**	Masahide Okumura

1 緒 言

* >

5 10

- 14

12 p

-16 W

E R

- 4

11 3

11 2

4

× 2

36

- W

2 2

ape it

1. 24

7 A

1. 14

走査電子顕微鏡(Scanning Electron-microscope 以下, SEMと略す)は焦点深度が深く,虫めがねの倍率から電子 顕微鏡の倍率までにわたって物象の形が三次元的に観察でき るという大きな特徴を持つため,学究的分野から工業的応用 に変換され, 増幅器を通じてブラウン管のグリッドに加えられる。鏡体には偏向コイルが組み込まれていて, 試料に到達する一次電子ビームを試料面上でテレビジョンの走査線のように走査する。一方, この走査と同期してブラウン管の電子

分野に至るまで幅広く用いられている。たとえば,生物学分 野における組織レベルでの微細構造観察,高分子材料におけ る形態観察などがある。特に最近,信頼性工学における故障 解析の有力な手段として注目され,半導体表面における故障 の観察,金属構造部破断面の観察などをはじめ,多くの故障 解析に利用される。また,X線分光器を取り付ければ微小部 の元素分析が可能となり,たとえば,半導体素子の表面に付 着している微小な異物の物質判定などに利用され,その応用 分野はきわめて広い。

現在,SEMとして高分解能を持つ2チャネルX線分光器 付のHSM-2B形,普及形として二次電子像観察専用のSS M-2形がすでに商品化されている。ところで,X線分光に関 しては近年エネルギ分散形X線分光器がとみに普及してきて, いくつかの研究分野では従来の波長分散形X線分光器にとっ て代わりつつある。このような市場の動向に対処して,HH S-2R形は,(1)高分解能,(2)コンパクトデザイン,(3)多目的 試料室および各種のアタッチメントの充実,(4)保守容易な鏡 体,(5)操作性および拡大の容易なモジュラディスプレイの採 用など大きな特長を持つSEMとして商品化された。もちろ ん,元素分析のためのエネルギ分散形X線分光器も取り付け 可能である(図1)。

2 構 成

SEMは、(1)電子ビームをつくりだす電子銃部、(2)電子ビ ームを細く絞るレンズ部、(3)試料を操作する試料室部、(4)得 られる信号を検出する検出器部、(5)高電圧、レンズ、アンプ などを制御する電気系、(6)真空排気を行なう排気系に大別さ れる。図2は、これらの間の関係を示すものである。 ビームも走査される。ブラウン管のけい光面はグリッドにより輝度変調され,ブラウン管面上に二次電子信号の強弱により画像を形成する。

2.1 電子銃部

図3は、HHS-2R形の鏡体部を示すものである。 電子銃は熱電子を放射するためのフィラメント、細い電子



電子銃よりの電子ビー.	ムは、三つの磁気レンズで細く絞ら
れ試料に到達する。この-	ー次電子ビームの衝撃により試料よ
り放射された二次電子は,	二次電子検出器でとらえ電気信号

図 I HHS-2R形走査電子顕微鏡 左側の本体をほとんど操作することなく、右側のデスクで操作ができるように配置された。
Fig. I Model HHS-2R Scanning Electron Microscope

19

*日立製作所那珂工場 **日立製作所中央研究所

HHS-2R形高性能走查電子顕微鏡 日立評論 VOL. 56 No. 4 326



図2 HHS-2R形ブロックダイアグラム アコントロール回路および低・高倍率像同時表示装置が他社に比較し 特に考慮された点である。

Fig. 2 Model HHS-2R Scanning Electron Microscope Block Diagram



ビームをつくるためのウェーネルト円筒および電子線を引き 出し加速するためのアノードより構成される。加速電圧は1 kVから30kVまで8段に切り換えられる。二次電子像の分解能 は試料の種類にもよるが,一般的にいって加速電圧が低いほ ど低下する。しかし, 生物関係の試料などは電子線に対し試 料損傷を受けやすいため,一般に低加速電圧が用いられる。 一方, 電子線に対し試料損傷を受けにくい金属などの試料の 場合には高加速電圧が用いられる。このように、加速電圧が 広い範囲にわたって変化できるため、観察しようとする試料 に応じて最適の加速電圧が選択できる利点を持つ。

2.2 レンズ系

レンズ系は磁気レンズを用いた3段レンズ系である。2段 レンズ系に比べて、十分小さなプローブが得られるだけでな く,分解能を低下させる要因である散乱電子を収束レンズ部 分で完全に取り除けるので、高い分解能が得られる。また、 対物絞りの汚れが少ないため長期間にわたって高分解能が維 持できるという大きな特長を持つ。

対物レンズの励磁電流および偏向コイルの走査電流は,加 速電圧の設定と連動しており,加速電圧の変化に対し倍率お よび視野は不変で、しかも像のピントはずれない。これはS EMにおいては低加速電圧を用いると分解能は低下するが、 試料のチャージアップが起こりにくく, しかも正しく試料表 面の形状を観察できるため、同一視野を二つまたはそれ以上 の加速電圧において撮影することがあり、このような場合に

HHS-2R形鏡体 図 3 鏡体および試料微動装置に特長があり、操作性 を高めた。

Fig. 3 The Column and Specimen Goniometer Stage of HHS-2R

20

便利である。

対物レンズには可動絞りが取り付けられていて、真空外よ り適当な絞り穴を選択できる。 0.1mm直径の絞り穴は中~低 倍率の像において焦点深度の深い像を得るために, 0.2 mm お よび0.3mm直径の絞り穴は一般の像を得るために、0.4mm直径 の絞り穴はX線分析用に用いられる。

HHS-2R形高性能走查電子顕微鏡 日立評論 VOL. 56 No. 4 327



ては主排気管に大口径のコールドトラップが設けられており、 試料室の真空度を5×10⁻⁶Torr以下に保つことができる。

8 高性能走査電子顕微鏡の電気系

電気系は、加速高圧を発生する高圧部、レンズおよびスチ グマトール(非点収差補償装置)を制御するレンズ部、像信 号を増幅するアンプ部ならびに像を表示するための表示部か ら成り立っている。図5はHHS-2R形の電気系ユニット を示すものである。電気系は各機能別にユニット化されてお り、使いやすい配置となっている。また、ユニット化されてい るため、オプションユニット(たとえば、テレビスキャンユ ニット)の装備も容易である。以下、電気系のいくつかの特 長について述べる。

3.1 γコントロール回路

SEMの試料は凹凸に富んだものが多いため, ブラウン管 (以下, CRTと略す)に表示される画像は, 局所的にコン トラストが強すぎることがある。この場合, その部分を適度 なコントラストとなるように調整すると, 画像の他の部分は コントラスト不足の状態となってしまう。このような場合に γコントロール回路を使用すると, 画面全体のコントラスト が適正なものとなる。

図6は γコントロール回路の効果を示す応用写真の一例を

2.3 試料室部

SEMは凹凸に富んだ試料の形状を焦点深度深く三次元的 に観察することが大きな利用分野であるため,試料微動装置 は試料の水平移動のほかに試料傾斜や試料回転の機構を持つ ことが必要である。このため,HHS-2R形の試料微動装 置にあっては-5度~45度の試料傾斜,360度の試料回転がで きる。さらに,試料はごく小さなものから分割不能な大きな ものまで多種多様にわたっており,これらのいろいろなサイ ズの試料を容易に試料微動装置にセットできるようにするた め,試料微動装置全体が引き出せる方式が採用されている。 一方,試料室には9個の盲ぶたが取り付けられていてエネル

ギ分散形X線分光器, 試料マニピュレータなど各種のアタッ チメントが同時装備できる。このような構造のため, 多目的 の要求、たとえば特殊な装置の取付けなどにも十分こたえら れる。鏡体, 試料微動装置および試料室は防振ゴムを介して 架台に支えられる構造をとっているため, 外部振動の影響は 軽減される。

2.4 真空排気系

図4は、HHS-2R形の真空排気系統図を示すものである。 真空排気は油回転ポンプRP-2と油拡散ポンプDPとによっ て行なわれる。排気系にはピラニゲージが取り付けられ、真 空度を検知して排気バルブを自動的に開閉する。したがって、 排気系の操作はスイッチをON、OFFするだけで油回転ポ ンプによる予備排気から油拡散ポンプによる本排気まで完全 に自動的に行なわれる。排気バルブには圧縮空気によって作 動するニューマチック バルブを使用し、停電や断水時には自 動的にバルブが閉じ、しかも、全排気系が運転停止の状態に なるなどの安全装置も十分に取り入れられている。 一方、清浄な真空は試料のコンタミネーションを少なくす るために重要であり、この目的のためにHHS-2R形にあっ



図5 電気系ディスプレイ部パネル(大きさは図1本体写真参照) 各機能別にユニット化されており、使いやすい配置となっている。またオプションユニットの装備も可能のようにスペースが付いている。

Fig. 5 Control Panel of Display Unit



21

(a) ノーマル像 2μ (b) γ コントロールをした像 2μ 注:試料=酸化ニッケル 加速電圧=20kV 図 6 ノーマル像と γ コントロールをした像との比較 上の写真 像のようにコントラストの強い部分があるものも、 γ コントロール回路を通す ことにより、像全体にわたり適度なコントラストのものとなる。 Fig. 6 Comparison between Normal Image and γ Controlled

Image

HHS-2R形高性能走查電子顕微鏡 日立評論 VOL. 56 No. 4 328



Fig. 7 Principle of Dual Magnification Simultaneous Display System



注:原 理

図中の1,3……など奇数の線は低倍率像CRT上を走査し, 高倍率像CRTはこれらがブランクとなる。逆に2,4…の線 は高倍率像CRTを走査し,低倍率像CRTはブランクとなる。 このようにして二つのCRTにそれぞれの像を同時に表示する ことができる。

示すものである。写真(a)のノーマル像は、 γ コントロール 回路を通さないときの像で明るすぎる個所がある。写真(b) は、 γ コントロール回路を通したときの像で、上記(a)の明 るすぎる部分が適当に抑えられている。

3.2 低·高倍率像同時表示装置

倍率拡大の中心が常に画像を表示するCRTの中心にある ため,低倍率像を観察していてその視野の中のある部分を高 倍率に拡大しようとする場合、その部分がCRTの中心にく るよう試料微動装置を操作しなくてはならない。ところで、 低倍率像の観察と、その中のある部分のディテールを見るた めの高倍率拡大像の観察という二つの操作をくり返し行なう ことによって,所望の視野を決めるのが一般的な視野選択の 方法であるから、オペレータは機器操作中常に試料微動装置 のつまみ操作を必要とし、きわめて煩雑である。この点を根 本的に改良したのが低・高倍率像同時表示装置である。これ は低倍率像の視野の中の任意の部分を,低倍率像をそのまま 観察しつつ別のCRTに高倍率に拡大して表示するものであ る。低倍率像の視野の中の拡大しようとする部分および拡大 比は、電気的に選択できるのでオペレータは試料微動装置の つまみ操作から開放され、ほとんどの時間、ディスプレイ部の 正面を向いて作業ができる。

図7に低・高倍率像同時表示装置の原理を示す。図中のS 1~S4は連動して動作する走査ごとに切り換えられるスイ ッチである。いまこのスイッチが図の状態になっているとき を考えると、X走査信号(のこぎり波状電圧)はVR1Xによ り振幅がせばめられ、さらにそのレベルはVR2Xによって可 示される。

図8は低・高倍率像同時表示装置で撮影した応用写真の一例を示すものである。なお、ディスプレイ部には写真撮影専用のCRTが装備されていて、低倍率像、高倍率像のいずれもが撮影できる。

4 応用例

4.1 極性反転像による観察

撮影した視野をスライドにすることが多い場合,普通に写 真撮影を行なったときには一度ネガ像をポジ像に反転してス ライドを作らなくてはならない。このような不便さを解消す るために,信号増幅器に極性反転のスイッチが装備されてい る。極性反転像を撮影すれば,フィルムネガがそのままスラ イドとして使用できる。図9は普通の像と極性反転像との対 比を示すものである。

4.2 試料冷却による観察

生物試料などは水分を多く含んでいるため、そのまま乾燥





変される。Y走査信号(階段波的のこぎり波状電圧)につい ても同様である。この結果,高倍率像CRTには高倍率像が 表示される。1回のX走査が終わると,スイッチが反対側に 切り換えられ今後は低倍率像CRTに低倍率像が表示される。 このとき,低倍率像にはコンパレータおよびブランキング回 路の働きで,高倍率に拡大する場所が明るいマスクとして表

22

10μ 10μ 注:試料=カーボンスチール 加速電圧=20kV 図8 低・高倍率像同時表示システムによる像 左の写真の中央 の明るい部分が、右の写真のように拡大される。左の写真および右の写真の像 はそれぞれ別のCRTに表示される。

Fig. 8 Images by Dual Magnification Simultaneous Display System

HHS-2R形高性能走查電子顕微鏡 日立評論 VOL. 56 No. 4 329



Fig. 9 Normal Image and Reverse Image



法による試料を用いる方法がある。さらに最近では,植物や こん虫などを直接真空中で凍結して蒸着を行なわないで観察 する方法も試みられている。図10はこの例を示すものである。 ここでは試料冷却装置により試料を凍結させ直接観察した場 合と,常温にて観察した場合とを比較して示している。試料 はツツジの花弁であるが,冷却下では試料変形や収縮のない 状態が得られるが,常温下では試料内部の水分が蒸発するた め,試料は著しい変形を受ける。図11はHHS-2R形に試料 冷却装置およびエアロック式の試料交換装置を装備したもの を示している。

4.3 試料マニピュレータによる観察

SEMは物の形状を観察するのをおもな用途とする機器で あるが、いったん試料を試料微動装置にセットしてしまえば、 試料観察下で試料を切ったり、あるいは割ったりすることは できない。しかし、像観察中に試料のある部分を切ったり、 あるいは割ったりして、その場所を観察したい場合がしばし ば生ずる。図12はこうした目的のために開発された試料マニ ピュレータ(HH-SM2形) である。試料マニピュレータの 応用として図13は、IC(集積回路)のリード線を試料マニピ ュレータの針で切断している状態を示すものである。

4.4 高角度試料傾斜による観察

 50μ

試料の性質上, 試料をあらゆる方向から観察するための試料微動装置が重要である。図14は高角度試料傾斜装置(HH-

(a) 試料冷却温度-45℃にて観察
(b) 常温(23℃)にて観察
注: 試料=ツツジの花弁 加速電圧=5kV

100

 50μ

図10 試料冷却下での直接観察と常温下での観察比較 常温下で 生物試料を直接観察すると、試料変形が著しい。しかし、試料冷却下での直接 観察ではそれがない。

Fig. 10 Comparison between Direct Observation Under Cooling and Room Temperature Conditions



図 || 試料冷却装置(HH-CS2)(大きさは図1本体写真参照) 試料冷却装置,試料交換装置および試料マニピュレータを装備したHHS-2R形 において試料冷却下でマニピュレータを行なうことを示す。

Fig. II Specimen Cooling Stage (Model HH-CS2)

GS2形)を用いてADP(Ammonium Dihydrogen Phosphate)結晶を観察した例を示すものである。



図12 試料マニピュレータ(HH-SM 2)(大きさは図1本体,または図11 試料マニピュレータ参照) 試料観察下において試料を切ったり,割ったり する装置である。

Fig. 12 Specimen Manipulator (Model HH-SM2)



23

したのでは試料の乾燥時の変形および収縮が大きく、生きて	
いるままの状態での形態から著しく異なったものとなる場合	
が多い。試料を生きているままの形を保って観察する方法と	
しては,現在,(1)炭酸ガスあるいは酸化窒素などの臨界点下	
で試料を乾燥させる、いわゆる臨界点乾燥法、(2)真空中で凍	
結させた試料を徐々に乾燥させる,いわゆる真空中凍結乾燥	

HHS-2R形高性能走查電子顕微鏡 日立評論 VOL. 56 No. 4 330



SE

C-K

Cu-Ka

(b)

図14 高角度試料傾斜装置(HH-GS2) 試料は すべての方向から観察可能であるべきであり, 高角度試料 傾斜装置によってADP結晶を観察した例を示したもので ある。

Fig. 14 Large Angle Specimen Tilting Stage

(Model HH-GS2)

4.5 X線分析による観察

リレー,スイッチなどの接点の不良について、その原因の 解析を走査電子顕微鏡(X線分析装置付)を用いて行なった例 は、図15(a)、(b)に示すとおりである。同図(a)は、接点 の良品のものの例であって接点部表面にカーボンの付着が少 なく、良導体である銅が多い。一方、図15(b)は、接点の不 良品のものの例であって接点部表面全体にわたってカーボン が付着しており, 良導体である銅が少ないことがよく分かる。こ のようにX線分析を行なうことによって、その不良原因の解 析はより正しいものとなる。

5 結 言

以上, HHS-2R形走査電子顕微鏡の構造, 特長およびい くつかの応用例について述べた。これを要約すると次のとお りである。

(1) 分解能100A保証と高性能である。

(2)コンパクトデザインである。

(3) 多目的用試料室の採用により応用範囲が広い。

(4) 操作および拡長の容易なモジュラーディスプレイである。

(5) 画調コントロール用のガンマアンプを持っている。

(6) 低・高倍率像同時表示装置, 試料冷却装置, 試料マニピ ユレータなどの応用範囲の広い特別付属装置を持っている。

参考文献

図15 リレー接点分析例 リレー接点の良いもの(a)と悪いもの(b)を 示す。(加速電圧 20kVにて) SE:二次電子像, C-K:カーボンの分布像 Cu-Ka:銅の分布像(X線像) (X線像) Fig. 15 Analysis of Contact of Relay(Good Contact and Bad Contact)

15µm

SE

C-K

Cu-Ka

(a)

24

(1) P. Echlin : Scanning Electron Microscopy/1972, 225 (1972). 大高, 永谷, 南川, 清水: 第9回日本電子顕微鏡学 会予稿集, 92 (昭48-5)

2

(2) T. Nagatani, M. Okumura, H. Ito: Scanning Electron Microscopy/1972, 50 (1972)

(3) J. B. Pawley, T. L. Hayes : Scanning Electron Microscopy /1971, 105 (1971)