

# 冷陰極電界放出型分析電子顕微鏡

## 1. はじめに

近年の新材料開発の進歩に伴ない、研究支援機器として透過型電子顕微鏡に対する期待が増すと共に、性能に関する要求は原子・分子オーダーでの観察・分析へとますます高度化している。

当社は、さらに多様化する需要家のニーズに応じて各種材料開発を進めており、材料の内部組織についてさらに詳しい情報を得て今後予想されるより高度な要求にも対応するべく、この度電界放出型分析電子顕微鏡 (Cold FE-TEM以下FE-TEMという) を技術研究所に導入した。

このFE-TEMは冷陰極電界放出型電子銃(Cold FEG)を透過型電子顕微鏡に搭載し、従来の分析電子顕微鏡では不可能であったナノメータ領域の構造解析・分析ができることを特徴とし、さらに走査ユニットにより微小領域の面分析も可能な最新鋭の設備である。以下にその概要を紹介する。

## 2. FE-TEMの概要

図1にFE-TEM (日立製作所製HF-2000) の外観写真を示す。鏡体はFE電子銃と加速管部、2段の集束レンズ系、対物レンズを含めた5段の結像レンズ系から構成される。Cold FE電子源は、冷陰極タングステン (310) を使用し、200kVの加速電圧で動作させる。

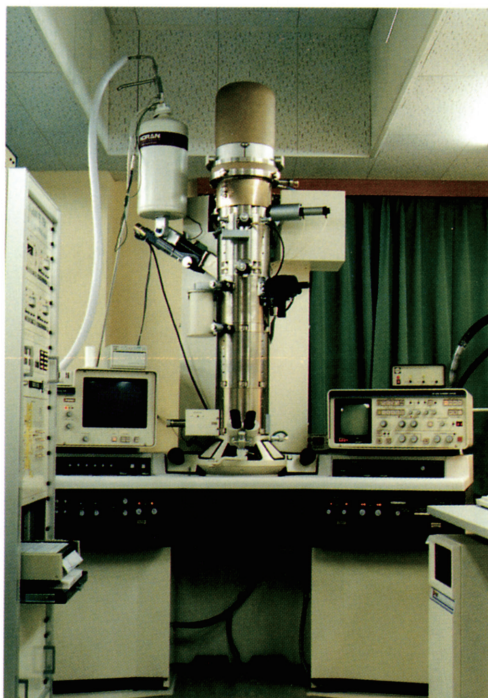


図1 FE-TEM (日立製作所製HF-2000) の外観

表1にCold FE電子源の特性を示す<sup>1)</sup>。この電子源は、LaB<sub>6</sub>等の熱放出型電子源に比べ、以下の特長がある。

(1)輝度が1000倍高く、電子線を収束したときのプローブ電流を100~1000倍大きくとることができる。

(2)電子線の干渉性が高いため、高分解能・高コントラストのTEM像が得られる。

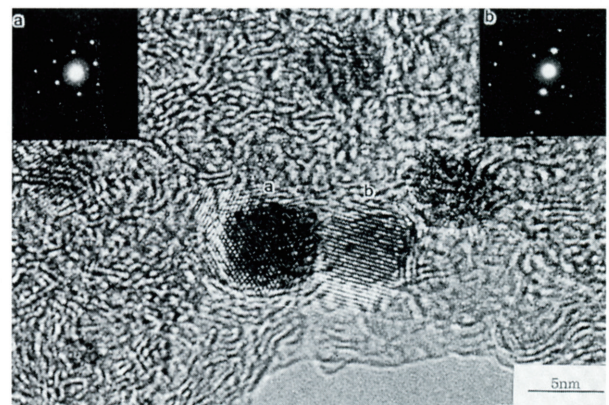
表1 Cold FE電子源の特性

Item	Field Emission Source	Thermionic Source (LaB <sub>6</sub> )
Source Size	d~5~10nm	~10 $\mu$ m
Brightness	B~10 <sup>9</sup> A/cm <sup>2</sup> Sr	~10 <sup>6</sup> A/cm <sup>2</sup> Sr
Energy Spread	$\Delta E$ ~0.2~0.4eV	~2eV
Vacuum	~10 <sup>-8</sup> Pa	~10 <sup>-6</sup> Pa
Operation Temp.	Room Temp.	~1600 $^{\circ}$ C

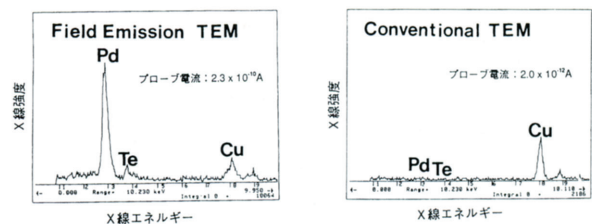
集束レンズ系 (C1,C2) は、nm領域の元素分析に必要なスポット径とプローブ電流を得るため光学収差を最小にすると共に、高分解能電顕像とnm領域の分析を両立できるような対物レンズ設計がなされている。

## 3. 分析事例

以下にFE-TEMの解析事例として、日立製作所(株)殿で微小領域の分析を行った事例を示す<sup>2),3)</sup>



[a] FE 電顕像と電子回析像



[b] EDX スペクトルの比較

図2 微粒子の電顕像と分析例

図2 (a) にグラファイト上のPb/Te微粒子 (~5 nm  $\phi$ )の電顕像とスポット径2 nm $\phi$ で得られた電子回折像を示す。Pb微粒子中に [100] 入射で得られる0.223nmおよび0.194nmの格子像がみられる。

また図2 (b) はその微粒子のEDX分析例であり、熱電子銃型TEMの結果と比較して示した。従来の電顕ではS/N比が悪くて検出がきわめて困難である。しかし、FE-TEMを利用すれば、PbおよびTeの明瞭な元素スペクトルが得られるのがわかる。

## 4. おわりに

このFE-TEMは1994年1月から設置開始し、1994年3月初めから本格稼働している。最新鋭の微小分析設備として大いに活用し、今後ますます多様化・高度化するユーザーニーズに応えた研究のために役立ててゆく所存である。

### 文 献

- 1) 砂子沢成人, 市橋幹雄, 上野武夫: 第8回分析電子顕微鏡討論会予稿集 (1992), p.49
- 2) 市橋幹雄, 上野武夫, 砂子沢成人: 電子顕微鏡, Vol.26 (1991), p.171
- 3) 日立電界放出型電子顕微鏡HF-2000カタログ, p.11