

透過型電子顕微鏡の設計、高分解能観察、 電子回折等についての質問に対する回答

電子光学設計技術研究部会
第5回研究会 2017.11.6

元（株）トプコン
谷中 隆志

連絡先：yonezawa33@ta2.so-net.ne.jp 元（株）ホロン 米澤 彬

質問1

1. 昔は機械の工作精度や材料の品質が悪かったのではないかと思うのですが光学設計手法で補う方法や改善するノウハウで苦労された点を教えて頂きたいです。
2. また今の設計者として、そのような知識が継承できていないのではとの不安があるのですがどのように感じますでしょうか？

回答1-1

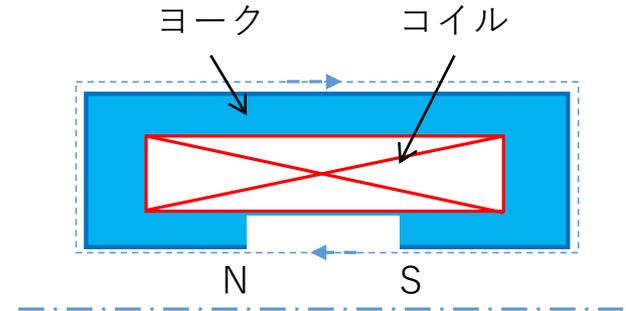
マクスウェルの電磁方程式→ストークスの定理

$$\frac{1}{\mu_0} \oint B_s ds = \int i_n dS = J \text{ (アンペアターン)}$$

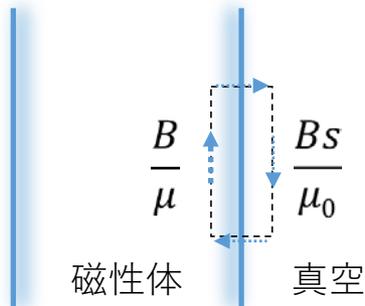
$$\frac{1}{\mu_0} \oint B_s ds = \frac{1}{\mu_0} \int_S^N B_s ds + \frac{1}{\mu_0} \int_N^S B_s ds = J$$

↑
磁極端面
(N~S間)

↑
途中の磁路全部 (殆どヨークの部分) = 起磁力損失 = この部分は零であって欲しい (レンズ作用に無用)。電子レンズのフォーカス電流値、倍率の磁気ヒステリシスの原因の殆どを占める



この数式に必要な B_s (積分路に沿った磁束密度成分) はガウスメータの利用ですぐ測定できる

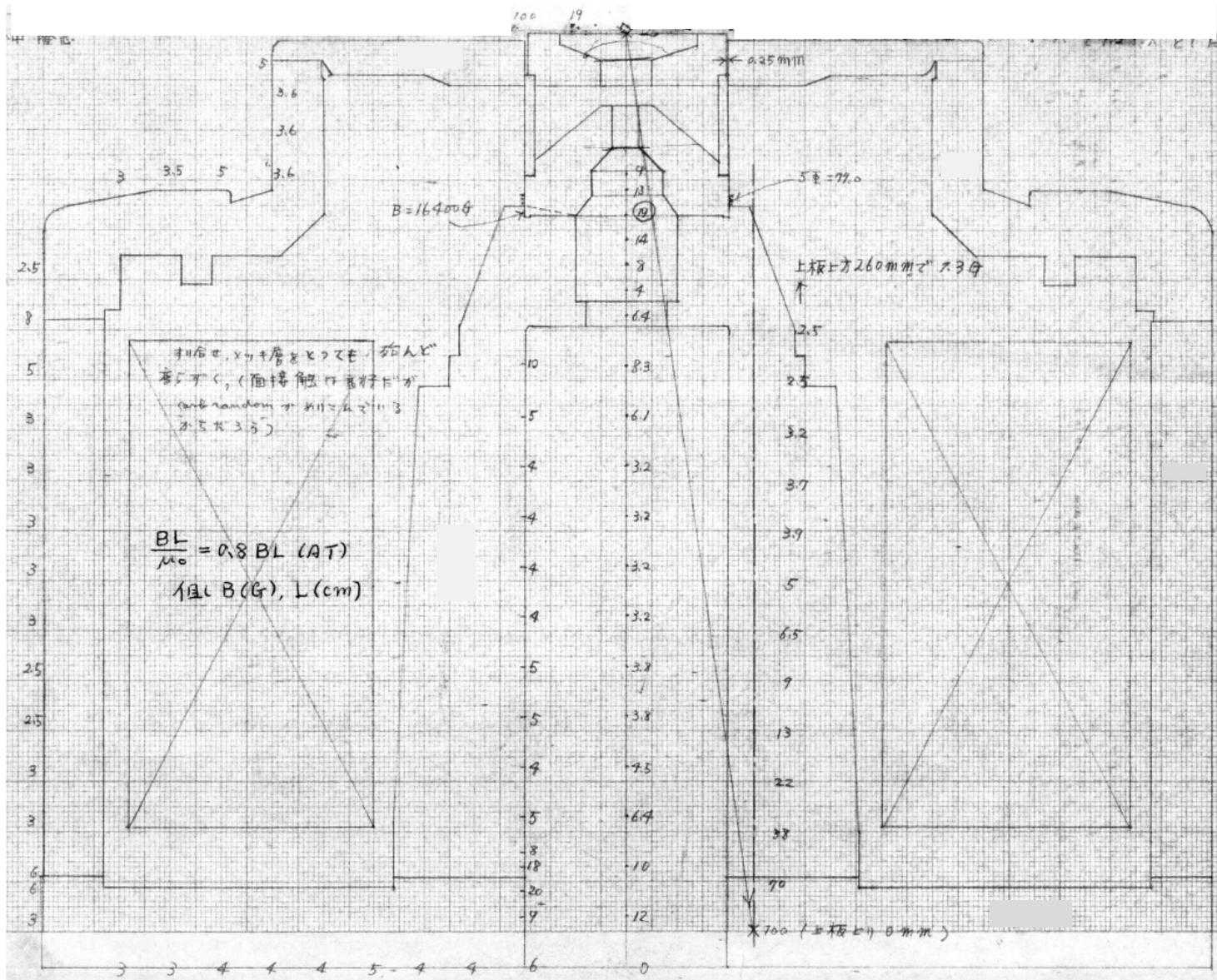


ストークスの定理を今度は磁路側面に適用して

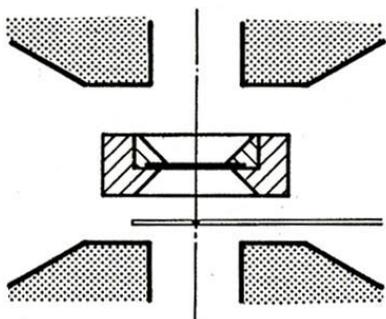
$$\frac{B}{\mu} = \frac{B_s}{\mu_0}$$

H の接線成分は連続であることがわかる。従って B - H カーブから B もわかる。

回答1-2 (Hs実測例；単位Oe)

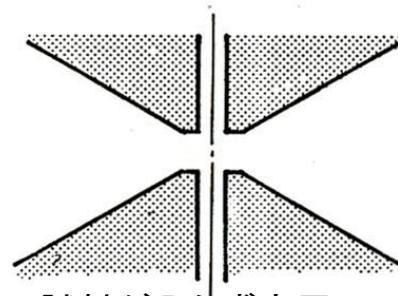


回答1-3 (超高分解能指向対物レンズと試料ホルダーの関係)



C/Oレンズ
Side Entry HR
FEI

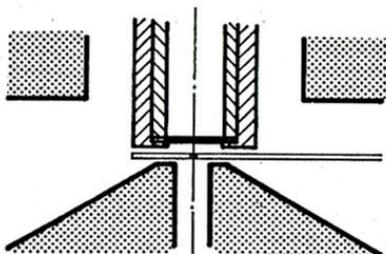
磁場を圧縮



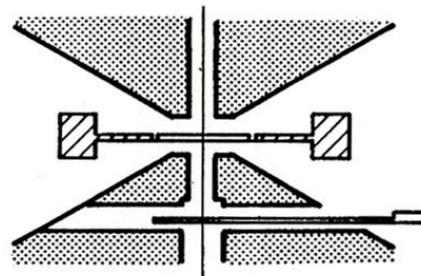
試料が入らず実用不可

1983年に実現

- 試料ホルダーの形状見直し
- 対物絞り導入位置の変更
- ミニレンズを下部に配置したハイコントラスト結像モードの新設



高分解能非対称レンズ
Top Entry UHR
JEOL



超高分解能C/Oレンズ
New Side Entry UHR / EM-002A,2B
国際精工

- 高分解能の究極化にはC/Oレンズが必要

回答1-4

① 一般論

起磁力損失は、そもそものはじめから鏡体理論と実際に開発された物の間の不一致の源である。

回答1-1で述べた途中の磁路に沿った $H(=Bs/\mu_0)$ の分布は、レンズヨークの上板（円形）、下板（円形）及び外筒の各表面から非常に遠方まで漏洩磁束として現れ、他のレンズとの干渉を発生する。特に対物レンズの $H(=Bs/\mu_0)$ の分布は、試料へ集束するビームの軸を曲折する、若干のフォーカス変動を起こす、又拡大レンズ系に対しては倍率カメラ長の微小変動、観察視野（EM像、回折像）の横偏位になる等の悪影響を生じる。電顕の操作者に強い不快感を与えたり、観察結果の判断にミステイクを起こさせたり・・・と続く。ナノビーム照射中は電子銃加速管上部にも到達する漏洩磁束の変化でEM⇔回折にレンズ切り替え時ナノスポットが分析点又は電子回折点からずれてしまう。又、制限視野回折の場合には、視野制限領域の変位になって現れるので、従来球面収差による回り込みだけが問題視されたが、それだけではない事に注意が必要になる。漏洩磁束のこうした悪影響はパーマロイシールドである程度抑えられる。だが副作用の悪さに十分注意した設定が重要である。

回答1-5

① 一般論（続き）

途中磁路に沿った損失分布のうちレンズ内筒での漏洩磁界分布はそれが軸対称なある大きさの分布であると，“派生子レンズ”を発生し対物レンズの設計レベルで予測する焦点距離を大きく逸脱する（かつては原因が分からず大さ過ぎたものである）。

同じく内筒内側の電子通路に沿った漏洩磁界の水平方向の成分は電子線を曲げる偏向磁界の軸上分布が全体でのビーム曲折角を作る。これは磁気材料が不均質からくるものでこのレンズの軸を不明瞭にすると共にレンズ系の機械軸合わせ理論を否定するものである。漏洩磁界によるビーム偏向角が 2.2×10^{-5} rad（後述：回答1-9参照）以下であれば、加速電圧によらず性能に悪影響しないことが実験により確認されている。

回答1-6

② 軸対策

- 磁極片の必要加工，組立精度
上、下極共に単独に仕上げる。
各部（内径，外径，斜面）の同心度： $<2\mu\text{m}$ ，
平行度（頂面，底面）： $<0.1\mu\text{m}$ （完璧な平面として）
隔離片（外径，内径）： $<2\mu\text{m}$ ，平行度： $<0.1\mu\text{m}$
組立て：温ばめ又は圧入，対物レンズでは磁極片をミニ化し温ばめ
完成品について上記基準に入っているか否かを3次元測定器を用いて
検査する。圧入で仕上げる集束レンズ系，拡大レンズ系の磁極片は圧
入とし少々の力では組立後の使用で折れ曲がらぬ強さを持たせておく。
この場合隔離片に圧入案内内部を加工し，しかるべきプレス機で平らに
押して行く。
注）同心度，平行度は図面に記入の際躊躇するが，加工者に最大限の
敬意と感謝の気持ちを強く持ち合わせる事。

回答1-7

② 軸対策（続き）

- 磁極片～ヨークの接続精度

円筒面での嵌合：

平均すきまが40umに対して10um偏心では通過磁束密度14kGで B_D

（偏向磁場）=0.225Gと測定される。これによる偏向角は

$\theta = 2.0 \times 10^{-4} / 100\text{kV}$, $1.35 \times 10^{-4} / 200\text{kV}$, $1.06 \times 10^{-4} / 300\text{kV}$ である。

偏向角を 2.2×10^{-5} とするには, $B_D = 0.025\text{G} / 100\text{kV}$, $0.037\text{G} / 200\text{kV}$,

$0.047\text{G} / 300\text{kV}$. →これから偏心は1.1um以下/100kV, 1.6um以下

/200kV, 2.0um以下/300kVがmustになる。

平面同士の接続：

0.1um/100kV, 0.15um/200kV, 0.19um/300kVの片すき（材質テスト

冶具*のデータ20um片すきからエクストラポレートして）。非常に

厳しい。従って面の加工で通常言われるなか高に仕上がることへの対

策要

* 材質テスト冶具の仕様、設計等については別途相談に応じます（有料）。

回答1-8

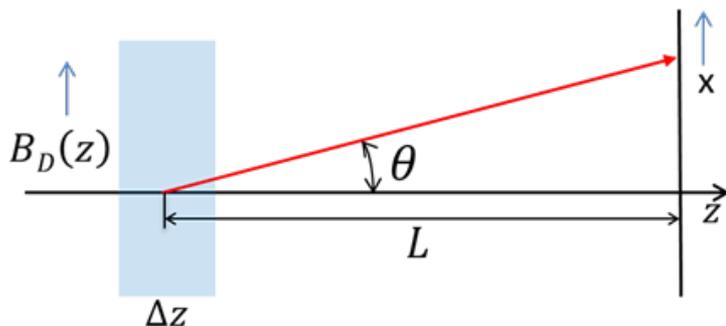
② 軸対策（続き）

- 円筒磁路を形成する円筒外径35mm Φ の偏肉： $B=13.5\text{kG}\sim 15.5\text{kG}$ の範囲の測定結果は、偏肉200 μm に対し $B_D=0.35\text{G}$ 、分布幅20mmから、偏向角 $6.3 \times 10^{-4}/100\text{kV}$, $4.2 \times 10^{-4}/200\text{kV}$, $3.4 \times 10^{-4}/300\text{kV}$ となる。これから偏向角を 2.2×10^{-5} に抑えるには、 $B_D=0.016\text{G}/100\text{kV}$, $0.024\text{G}/200\text{kV}$, $0.030\text{G}/300\text{kV}$ → 偏肉9 $\mu\text{m}/100\text{kV}$, 14 $\mu\text{m}/200\text{kV}$, 17 $\mu\text{m}/300\text{kV}$ （直径35mmに対して）
- 磁性材料の材質不均一からくる軸曲がり偏向： B_D を偏向磁場の、 z に直角の成分とする。外径35mm Φ 内径7mm Φ の磁性円筒の場合、軸曲がり偏向角を 2.2×10^{-5} に抑えるには B_D （分布幅10mmの場合） $=0.025\text{G}/100\text{kV}$, $0.037\text{G}/200\text{kV}$, $0.047\text{G}/300\text{kV}$ 以下が必要。
- この問題では、磁性材料の発掘が最良の方法だが、内部に整磁筒を同軸的に導入する手もある。それで電圧電流軸差0.1 μm の達成も可能となった。

回答1-9

② 軸対策 (続き)

- 偏向磁場 $B_D(z)$ による軸曲がり偏向：



$$\begin{aligned} \theta &= \sqrt{\frac{e}{2mU^*}} \int_{\Delta z} B_D(z) dz \\ &= 8.95 \times 10^2 B_D(T) \Delta z(m) \\ &= 8.95 \times 10^{-5} B_D(G) \Delta z(mm) \end{aligned}$$

$B_D(G)$	0.22	0.1	0.05	0.025
θ (rad) ($\Delta z=10\text{mm}$)	2×10^{-4}	8.95×10^{-5}	4.5×10^{-5}	2.2×10^{-5}
x (mm) ($L=100\text{mm}$)	2×10^{-2}	8.95×10^{-3}	4.5×10^{-3}	2.2×10^{-3}

(注) 上表は加速電圧100kVの場合で、上式の $\theta \propto \frac{1}{\sqrt{U^*}}$ から他電圧での数値を算出できる。例えば200kVでは同じ θ に対し B_D は1.48倍まで許容可。

質問2と回答2-1

- (質問) SEMとTEMの隙間領域、40～80kV加速の低ダメージ以外の有用性はあるか？

(回答) ?

- (質問) 回折ツールとしては今後出現があり得るナノオーダースポットX線や、解析データベースの豊富さではX線に分がある気がするが、電子線のメリットは何か？

(回答) どこを分析しているかは重要である。X線ではどこを分析しているかよくわからないが、電子線ではナノオーダーでわかる。

- (質問) 電子線回折の解析にAIの活用は有効か？

(回答) 有効と思う。

質問2と回答2-2

- (質問) 高分解能観察のためのお薦めのコンタミ除去テクニックはあるか？環境TEMの新しいアプリはあるか？

(回答)

- コンタミ防止テクニック
現状把握のためカーボン膜の上でフラッシングを行い，続いて即ナノプローブ (1nm位) をスクリーンセンタにおき約100kXでスクリーン (フォーカススクリーン) 上5mm Φ 位にデフォーカスし，exp.time (露光時間) を計測する．exp.timeの変化を見るまで何秒要したかを計測する．
注1) フラッシュ用照射円の準備：TEMスポットを選択してその大スクリーン上に一旦フォーカス，次いで5mm Φ 位にデフォーカスしその状態でのexp.time (もちろんこれは大スクリーン上での計測) が1sec以下 (exposure meterの感度はFuji filmの高解像用に対する設定として) になるようにスポットサイズおよびCL3の可動絞り孔を組合わせる．次いで照射円を50 μ m Φ (試料上) に広げビームシフトで中心出し．
注2) フラッシュ(50 μ m Φ) \Leftrightarrow ナノスポット (1nm Φ ，フォーカス値 \rightarrow 5mm Φ /100kxにデフォーカス) の繰り返しを瞬時 (1sec以内) に相互切替可能とするようにスイッチ系を設定する．exp.timeの変化を手早く把握できるようあらかじめOL絞りを入れておく．ナノスポットでのexp.timeが1hr以上変化なければコンタミは殆どOKと考えてよい (一先ず) ．

回答2-3

(回答)

- コンタミになる hidrocarbon 分子は，直接まわりの壁か又は空間の体積中からの分子の飛来凝縮するものと，すでに蓄積されている上下表面層からの nanospot defocused domain に表面輸送されてくる（これは早い）ものの2つのルートで考えられる。
フラッシングされるとその領域の凝縮 hidrocarbon 層は吹き飛ばされるので，nanospot defocused domain（スクリーン上 5mm Φ /100kV）まで hidrocarbon が輸送されてくるのにかなりの時間（1分位）が必要である。つまり空間からその domain に直接飛び込んで carbonize するものより，フラッシングされた domain の外側から輸送されてきて domain に入り carbonize される方がより多くの時間がかかる。
- 上記状態をふまえて，コンタミになる hidrocarbon の発生源を一つつつ，つぶして行きます。日頃から冷却トラップを使っていると，絶対に大きな原因をつかめません。私自身はトラップ否定論者です。

質問3

- 磁性材料の不均一がレンズの性能ばらつきに直結するが、材料の品質管理はどうすべきか。

回答3-1

[磁気材料の調達および納品のミスのない管理]

(特別コメント)

熱処理は時折り問題を起こすので、供給製造元で責任を持ってもらう方がよい。これも購入仕様に入れておいた方がよい。

(購入側の仕様)

純鉄 (ME1F/東北特殊鋼) で下記条件を満たすこと

1. 非金属介在物<A+B+C>が0.01%未満, もしあったとしても1um以下の大きさであること
2. 鉛: コロイド状に分散, max粒子1um以下のサイズのこと
3. マクロ組織の均質性: 樹脂状晶 (デンドライト) がないこと, その他
4. 結晶粒: 粒度1~3 (240um~130um)

回答3-2

[磁気材料の調達および納品のミスのない管理] (続き)

(供給側の仕様)

1. OK
2. NO
3. OK(表層5mmを除いて)
4. OK (購入側が特殊熱処理 (960°C) で対応し細粒化・均質化を計る)

(納品についての検収条件)

1.~4.?

材質テスト治具を用いたデータを取り, 試験円筒材の内部磁束密度
13kG以下で $B_D < 0.1G$

(社内の在庫管理)

電子レンズ磁気回路素片 (上板, 下板, 外筒, 内筒, 磁極片) ごとの
素材の管理 (各識別番号札をつける). 又各識別番号に熱処理履歴を
合わせて記録する.

回答3-3

Fe/Co材（真空溶解）

（購入側仕様）

1. 成分：C \leq 0.005, Si \leq 0.01, Mn \leq 0.01, P \leq 0.003, S \leq 0.002, Co \leq 49.0, V2.0, T-Al $<$ 0.02, N $<$ 30ppm, O $<$ 30ppm
2. 結晶粒径 $<$ 80 μ m以下（均一），析出物サイズ $<$ 100nm（ $<$ 500nm厳守），介在物なし
3. 析出物 $<$ 100nm以下
4. 介在物：なし

（供給側の仕様）

- 1.~4. OK

（納品についての検収条件）

代表的な部位3カ所を選んで試験片を切りだし，ナイタル液でエッチングし表面を光顕レベルで多数視野観察し，仕様を満足すれば可とする。

回答3-4

[熱処理仕様]

(純鉄の場合)

(A) 急速加熱焼きならし, (B) 焼きなまし (磁気焼鈍) の2種
(適用)

- ・ ポールピース部材: (A) のみ実施
- ・ 100mm Φ 以上の部材: (A) の後 (B) を実施

(A) 急速加熱焼きならし

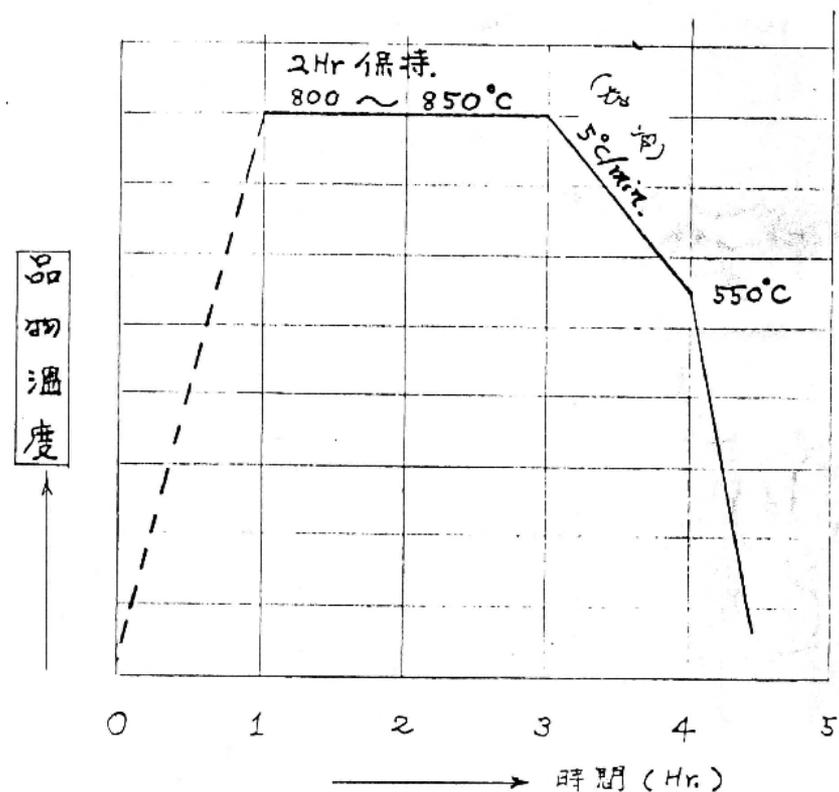
1. 960°C (980°Cを超えぬこと) に昇温 - 2時間保持 - 後空冷
2. 昇温は極力短時間で行うこと (10°C/min.以上)
3. 品物が相互に重ならぬよう留意のこと
4. 水冷は行わぬこと (いかなる温度からでも)
5. 炉内環境は, 強い侵炭性ないこと

回答3-5

(B) 焼きなまし (磁気焼鈍)

熱処理は右図を基準とすること。
850°Cを超えない事。炉冷部分は
5°C/minをこさない徐冷であること。

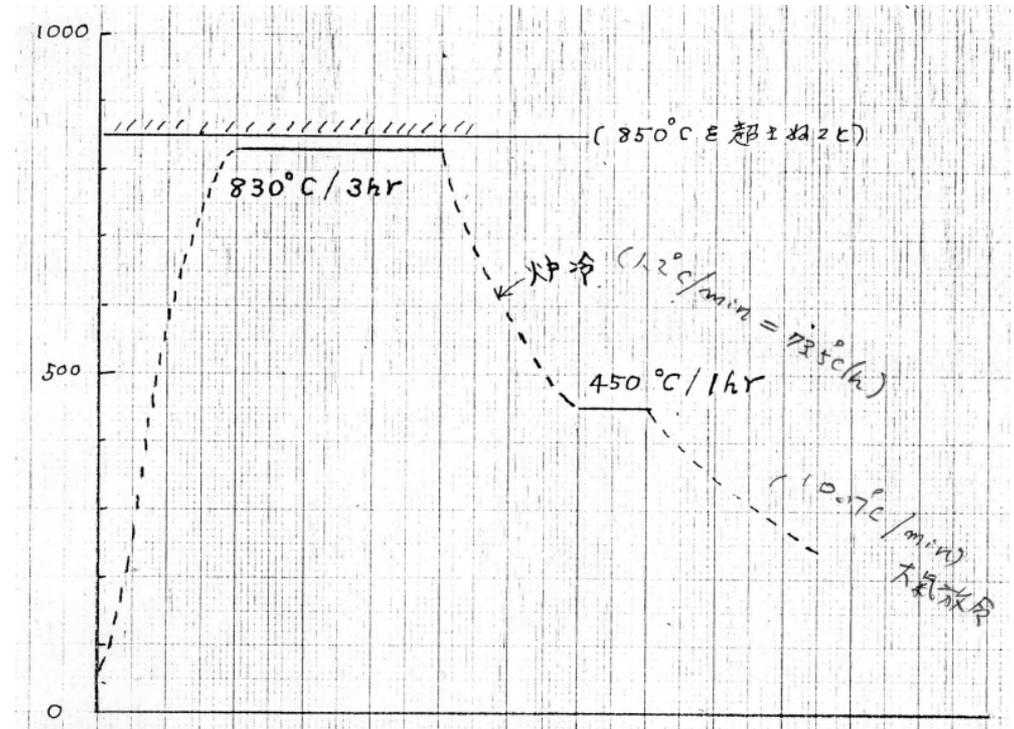
1. 水浴厳禁 - 火色消火点より下といえども不可
2. 炉中品物相互の重なりは不可
3. 炉内環境は、強い侵炭性ないこと



回答3-6

(Fe/Co合金熱処理仕様)

1. 真空中加熱のこと。
2. 熱処理は右図によること
(但し点線部は任意で可)
3. 部品は極力平坦な台の上
に丸棒を垂直に配置する
こと
4. 均一な温度勾配がえられ
るよう、部品を重ねない
こと



回答3-7

注)

- 熱処理完了（Aのみ又はA+B）の部材は最終仕上り形状まで更に熱処理工程を入れることは不要！
- 熱処理に伴うリスク管理－完成品の不良は充分発生しうる。経済損失莫大。材料テスト治具を使用して熱処理が適正に行われたかをチェックし、必要に応じて結果を担当部所又は担当事業所にフィードバックする。

回答3-8

〔“磁性材料のロット毎の不均一”という事故（B-H曲線の著しい相異，熱処理の不適切）の発見手法〕

- 入荷時点での素材についての定点磁場測定データ取り：
交流消磁器の磁極N，Sの上端に素材を妥当に置き消磁した後，直流電源に接続替えし，一定の電流（常に）を流して素材を流れる磁束の漏洩をガウスメータで測定するH(Oe)。（消磁器の極間隙の真上で素材に対し接線成分を測る．これを例えば3(Oe)とする．同じ形状の素材を同じように配置しロット毎の数値を管理ノートに記録しておく）と，素材の熱処理が未であったか適切でなかったかをすぐ把握できる．素材の形が板状だと最もやり易いが丸棒でも磁極に直交して配置，素材の形が円筒状でも円筒の軸方位を同じく磁極に直交し測定できる．
- 製品になった場合には電磁石を組立完了させ、励磁コイルに、製品にした場合の最大値として、電磁石の子午面に沿って漏洩磁界の接線成分を測定し、電子レンズ上板，外筒，内筒について定点を決め，そこでのH(Oe)を管理記録として残しておく．こうすれば異常があればすぐわかる．だがこの段階での異常発見では機会損失が巨大に過ぎる．

回答3-9

[磁性材料の不均一による軸曲り，磁極片とヨークの接続不正による軸曲り，その他による軸曲り]

- 磁極片材の均質性テスト（Hとの関係，及び熱処理が焼なましか急速加熱焼きならしかによる差）
- ヨーク中央筒の均質性テスト（同上）
- ヨーク中央筒の偏肉による磁場の乱れ/Hとの関係（同上）
- ヨーク中央筒への非対称加工による磁場の乱れ（同上）
- 磁極片端部へのM40pitch0.5~0.7による磁場の乱れ
内径部でのねじ切りによる磁場の乱れ，外径部でのねじ切りによる磁場の乱れ）
- 磁極片とヨークとの嵌合接続部の偏心による磁場乱れ（Hとの関係）
- 磁極片とヨークとの平面接続部の境界間隙の片すきによる磁場乱れのHとの関係

質問4と回答4

(質問)

- 永久磁石や超伝導コイルの有効な使い方はあるか。

(回答)

- 永久磁石では、N極とS極が離れたところにあるので、一つのレンズを作ると複数のレンズができるため、扱いが難しい。日立は永久磁石を非常にうまく使ってハイATのレンズを作り、良い像質を得た。関係者は、像の抜けが良いので驚き、強励磁レンズの必要性を確認した。永久磁石は、強励磁レンズへの道を開いた点で貢献している。
- 超伝導レンズは、冷却に伴う振動の問題や励磁切替をどうするか等の問題がある。しかし、超伝導レンズではコイルを非常に小さくでき磁気回路が簡単になるので、起磁力損失を大幅に小さくすることができる。この点で個人的には超電導レンズに希望を持っている。

質問5

- Csコレクタ全盛となった今、

- 更なる高分解能化
- 高分解能 + 高感度分析
- Lab in gap

に分かれて来ていますが、対物レンズの設計で方針が異なるようなことはありますか？

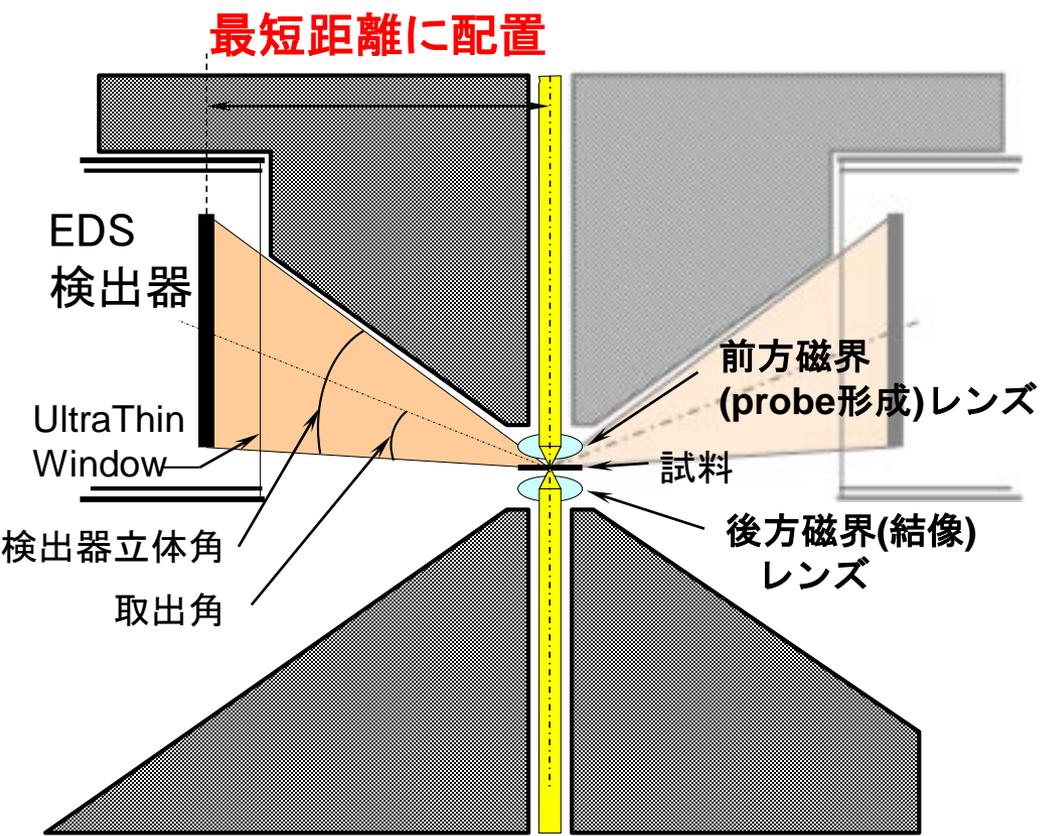
回答5

- 更なる高分解能化：
高圧（電子加速電圧）のより一層の安定度向上，対物レンズ生非点隔差をzeroへ（対物磁極片をミニ化することによって），電圧～電流軸の一致へ向けた諸政策（質問1に値する回答参照）
- 高分解能+高感度分析（回答5-1）
- 対物磁極片のスピード交換（回答5-2）
- 基本方針
鏡筒の開発に際して大きな精力を要求されるのは，電子光学系の諸々のレンズ操作に対する安定性の確保である．その安定性が球面収差補正系を導入した場合の観察操作持久性・容易性の基本と考えている．
そういう意味でも構成磁気材料の開発，管理（熱処理も含む）及び磁路接続部のすきま管理が設計・加工・組み立て全ての段階で大きな注力を要求される．

回答5-1

- 高分解能+高感度分析

超高分解能分析ポールのピース(P20)



レンズパラメータ

- レンズ形式: 対称型C/Oレンズ
- 球面収差(Cs) : 0.4 mm
- 色収差 (Cc) : 0.8 mm
- 焦点距離(f0) : 1.5 mm
- 点分解能 : 0.18 nm
- 格子分解能 : 0.10 nm

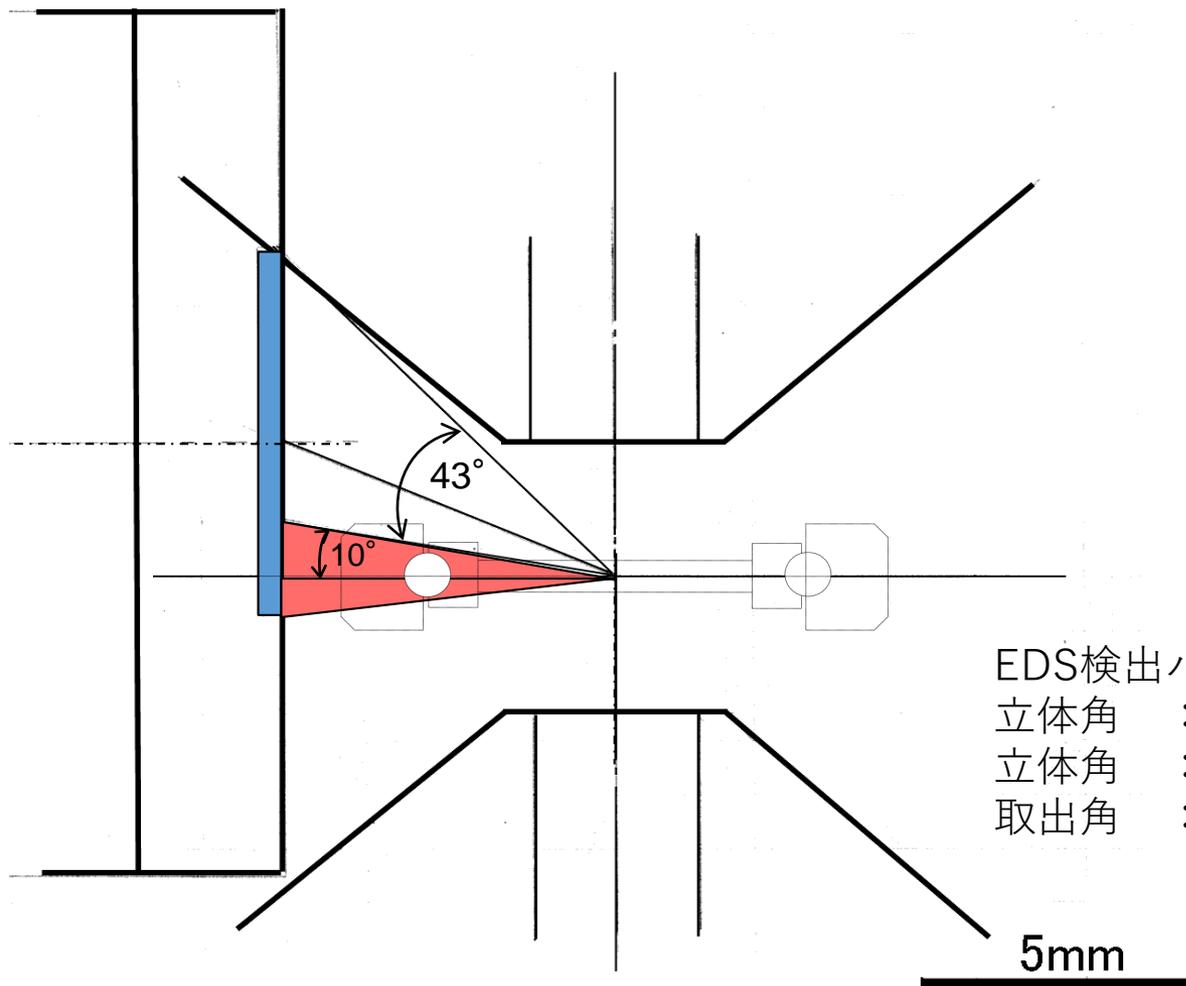
EDS検出パラメータ(40mm²時)

- 立体角 : 0.5 str. (Twin EDS)
- 立体角 : 0.33 str. (Single EDS)
- 取出角 : 20°

倍率等

- Mag : 980-1.6Mx
- Low Mag : 25-1.2kx
- HC Mag : 2k-39kx
- SA Mag : 7.8k-590kx
- SA Dif : 42-1600mm

SDD 30mm² 検出器とP-30型ポールピースの配置構



X線検出立体角 1.0str を実現！

EM-002BF(P-20Twin EDS)スペック

大電流サブnmプローブとX線検出立体角の両立

Ep:200kV@プローブ径:0.7nmで電流:1nA

・電子光学パラメータ

Cs:0.4mm、Cc:0.8mm、f:1.5mm

点分解能0.18nm、線分解能0.14nm

・X線検出パラメータ

水平角:20°、検出立体角:0.5str.(40mm²)

・試料傾斜:X±20°、Y±15°

長時間分析可能な鏡筒

・鏡筒安定性 → 50nm未満/4時間

・試料ドリフト → 1nm/min未満

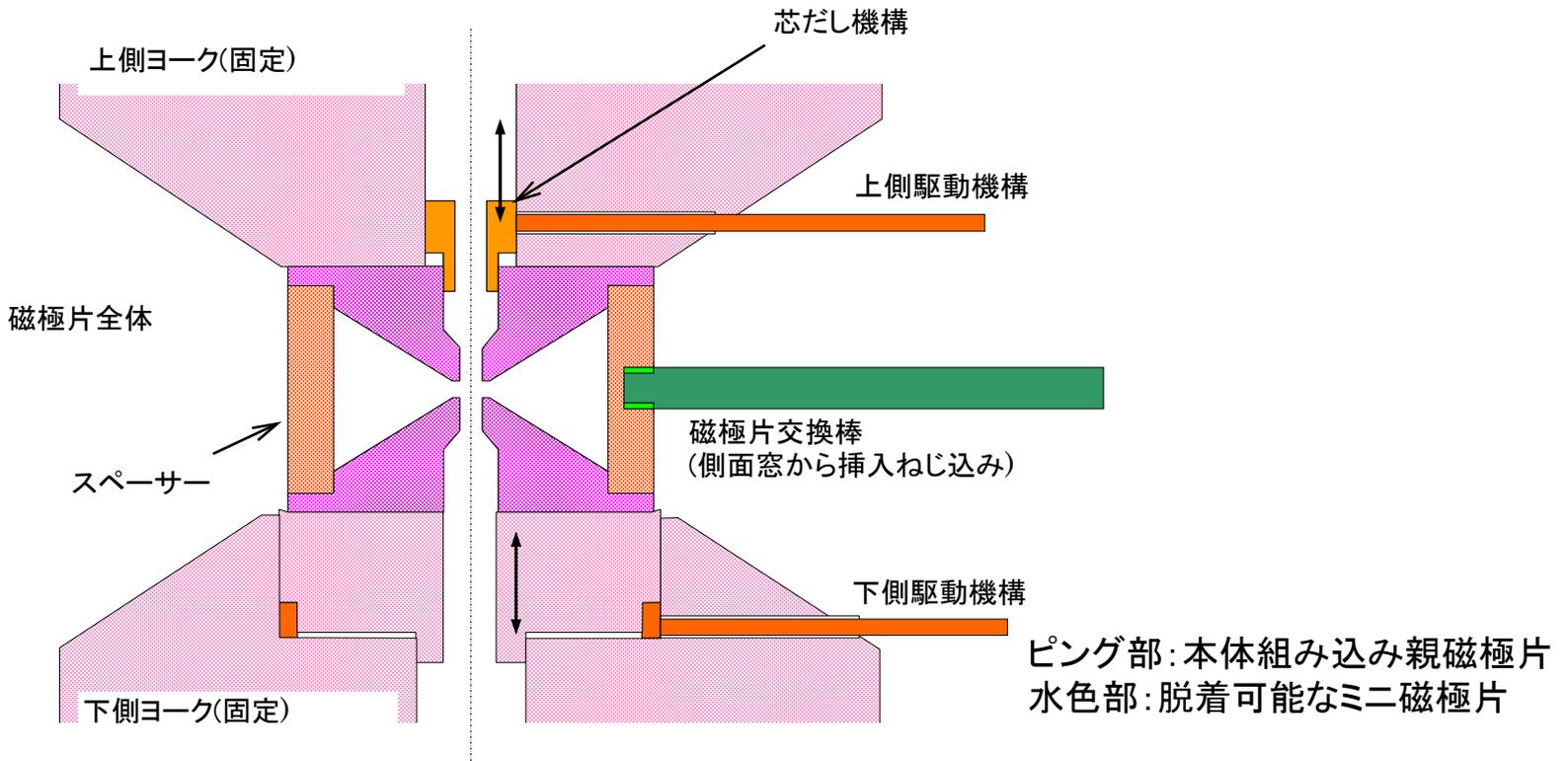
・試料汚染 → ほぼ確認されず



回答5-2

- 対物磁極片のスピード交換

EM-002Bの対物磁極片のスピード交換機構



大気中から上下駆動ノブをまわすことで、上側(芯だし機構)を上を持ち上げ、下側(磁気回路の一部)を下げることで、取り外しのための空間を作る。

鏡筒をリークして、側面窓から交換棒を挿入し、スペーサー部にねじ込み、磁極片を引き出す。組み込みはその逆。交換後の軸合わせは、殆ど不要と言えるほどの精度を保つ。作業時間は10分程度

この機構が様々な用途の磁極片の開発を著しく容易にした。

磁極片スピード交換機構の重要性！

①磁極片の小型化

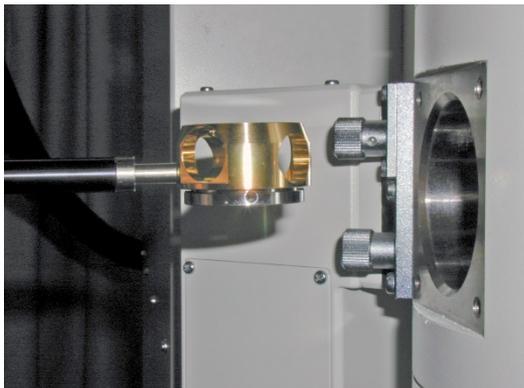
- ・高い穴径加工精度(1mm直径に至るまでの)
- ・高い組み立て精度
- ・機械軸と光軸の一致性確保

②磁極片のスピード交換が可能

- ・重要なレンズパラメーター、 $f_o^{(1)}$ 、 $C_s^{(1)}$ 、 $C_c^{(1)}/f_o^{(2)}$ 、 $C_s^{(2)}$ 、 $C_c^{(2)}$ を究極値に追い込んでいく長期試作開発期間をエッセンス的に短縮可能。
(1)は対物レンズの集束レンズ側、(2)は結像レンズ側

③ 製品になった場合の出荷前品質管理及びサービス業務の高い作業効率 (軸・非点収差、コンタミネーション)

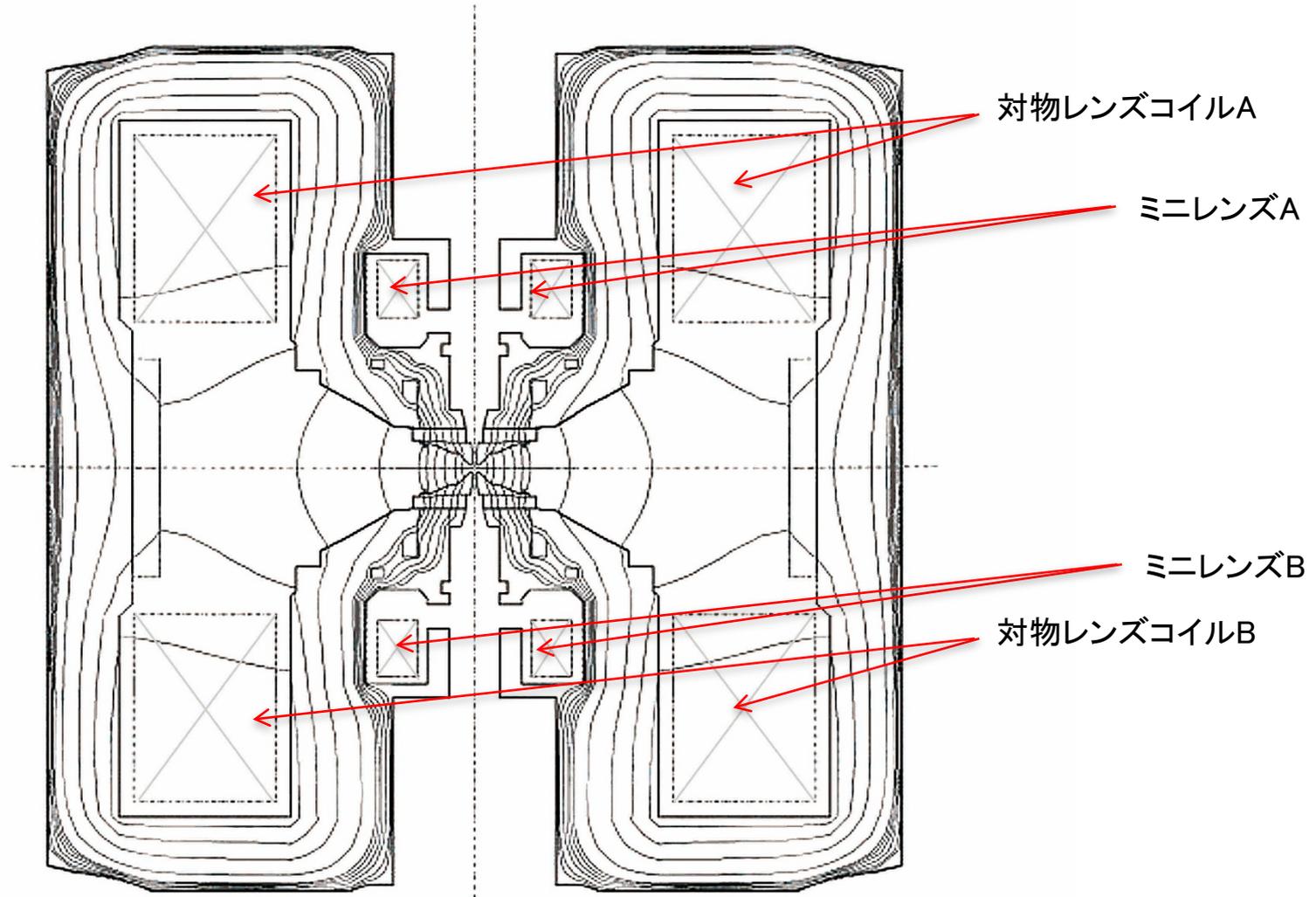
EM-002BFの対物レンズ磁極片群



独自の側面交換機構により
一人で10分程度で交換可能

ポールピース		EM-UHR	EM-P20	EM-PH	EM-P30	EM-HTs	EM-Pbio	EM-PMG
主な目的		超高分解能 ±10° 傾斜	超高分解能 ±20° 傾斜 高性能EDS	高分解能 多目的 高性能EDS	高分解能 ±30° 傾斜 高性能EDS	大角度傾斜 (±45°) 多目的	広視野 高コントラスト	ローレンツ 磁区観察
分解能	点	0.18 nm	0.18 nm	0.22 nm	0.24 nm	0.3 nm	0.3 nm	1 nm
	格子	0.1 mm	0.1 mm	0.14 mm	0.14 mm	0.2 mm	0.2 mm	
性能	Cs	0.4 mm	0.4 mm	0.9 mm	1.2 mm	2.7 mm	2.7 mm	
	Cc	0.8 mm	0.8 mm	1.0 mm	1.2 mm	2.4 mm	2.4 mm	
	f ₀	1.5 mm	1.5 mm	1.5 mm	1.8 mm	3.2 mm	3.2 mm	
試料	X傾斜	±10°	±20°	±15°	±30°	±45°	±10°	±15°
	Y傾斜	±10°	±17°	±15°	±30°	±30°	±10°	±15°
	Z移動	±0.5 mm	±0.5 mm	±0.2 mm	±0.5 mm	±0.5 mm	±0.5 mm	
最高倍率		1,600,000x	1,600,000x	1,600,000x	1,200,000x	880,000x	880,000x	300,000x
X線検出立体角		0.075 str	0.33(0.50) str	0.33(0.50) str	0.33(0.50) str	0.075 str	—	—
主な試料ホルダー		EM-DTU	EM-DT20 試料冷却	試料加熱 (1000°C) 試料冷却	EM-DT30 試料加熱 試料冷却	EM-DT等 3mm用の全て	7mmグリット等 全て	EM-DT

対称磁気回路／対物レンズの磁束分布



1. 磁束の流れ方から非対称磁気回路の場合と比べて途中継鉄部分の磁気抵抗を小に抑え易いので巨大な起磁力を重要な磁極先端部に集中、レンズ性能の追求に有利。
2. 有害な磁気漏洩とそれによる光軸の乱れや C_s, C_c の劣化を予防。
3. 外乱磁場に対して電子線通路の重要部分を3重に磁気シールド可能（試料面の上下100～200mm）

質問6

- TEMの倍率の設定はどのように考えて行うのでしょうか？
古い電顕を使っていますが、撮像カメラが2k×2kのデジタルカメラに置き換えたことで従来では気にならなかった、像の周辺ひずみや倍率の誤差、像の回転角のずれ、倍率を上げていったときにレンズの使い方が大きく変化して像が一瞬消えるなどが気になるようになっていきます。各設定倍率の設定を見直したいのですが、分解能が最もよく、各設定倍率を行うにはどのようにレンズ電流を決めていったらよいのでしょうか。対物レンズを含め6段の結像系です。

回答6-1

(倍率の設定)

数万倍以上の高倍率では、通常4段のレンズを用い、各レンズを実像結像させる。倍率変化は、中間のレンズ1及び2の強度を変えて行う。高倍率では試料面上の観察範囲が小さいので、通常像の周辺歪等は小さく問題とならない。

数千倍以下の低倍率では、周辺歪等が生じやすいので、レンズ段数を増やし複数のレンズで一つの実像を形成して低倍率を得るとともに、結像方式を工夫して、周辺歪等を小さく抑えることが課題となる。

回答6-2

図1は、倍率数千倍の複数のレンズでの結像例。OLとOL近くのレンズで結像し、さらに複数レンズで結像することで、電子線束が比較的光軸に近い所を通るので、軸外収差を減らしやすい。

図2は、同倍率の他の結像例。電子線束は中間レンズ6で光軸から大きく離れた所を通るので大きな軸外収差が発生しやすい。

例えば等方歪収差の計算には、下記項が表れる：

$$\int_{z_0}^{z_i} D1(z)s^2t^2dz, \int_{z_0}^{z_i} D2(z)stdz$$

$D1, D2$ は、 z 方向のレンズ磁束密度 $Bz(z)$ 等の関数、 s, t は、各々試料位置 z_0 にて初期条件

$$s(z_0) = 1, s'(z_0) = 0, t(z_0) = 0, t'(z_0) = 1$$

で出た電子軌道、 z_i は像面位置を示す。

従って、レンズ位置にて s, t を小さく、すなわち電子線束を比較的光軸近くに通過させることで等方歪収差を小さくすることが可能である。

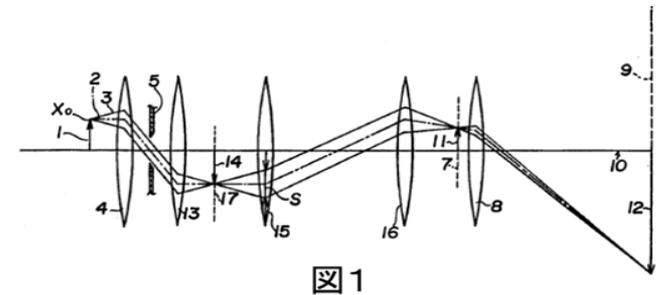


図1

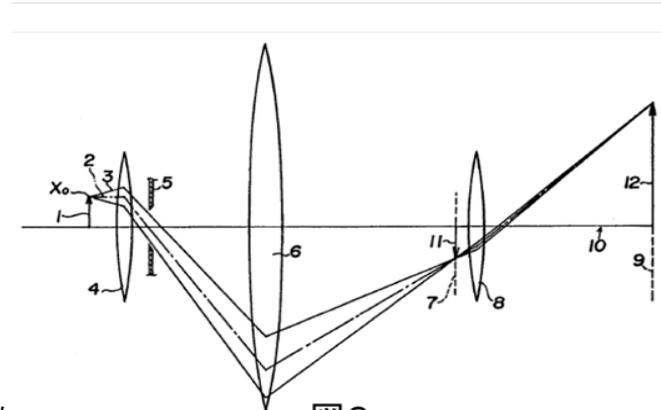


図2

回答6-3

(倍率誤差、回転角)

メーカーが基準としている倍率設定精度は、5%程度と思われる。

レンズによる像の回転角 θ は、下記であらわされる：

$$\theta = \mu_0 \sqrt{\frac{e}{8m_0}} \frac{J}{\sqrt{U^*}} \text{ (rad)}$$

(μ_0 :真空の透磁率, e :電子の電荷, m_0 :電子の質量, J :レンズ起磁力, U^* :加速電圧相対論補正值)

像の回転方向は、コイル電流の回転方向に一致する。

倍率を変えたときに像が回転すると像観察しづらい場合がある。上述より、各レンズの回転角の合計が倍率を変えても一定になるように各レンズの起磁力を設定することができれば、この像回転をなくすることができる。一部の倍率範囲で像回転をなくすことは容易であるが、全倍率範囲では難しいと思われる。

像が一瞬消えるのは、3段結像から4段結像に変わった時ではないか。その際倒立像から正立像になるため、回転角の合計が同じでも像は180°反転する。

質問7

- TEMで設定した各倍率が(1%のオーダーで)数ヶ月のスパンで変動することがありますか？もしあれば考えられる原因は何でしょうか？

回答7

レンズ基準抵抗の経時変化（：抵抗の温度変化又は表面汚れの加湿）、高圧値のドリフト（印加からの経過時間、絶縁部の汚れ）等考えられるのですが、室温の監視、風の影響等もあるかもしれません。高圧値の変化はレンズ系を特定モードにして定点をとり、その時の電流をテスターで測定する方法は十分考えられます。

質問8

- トプコンのTEMには機械軸の調整機構（各レンズの位置調整）がありませんが、どのような設計思想で開発されたのでしょうか？
他のメーカーの電顕には備わっていますが、他社よりも高い技術があったから
実現したのでしょうか？

回答8

- 妥当性のある材料管理（材料購入，受け容れ検収，正しい熱処理その他）今回講演の質問事項3に記載
- レンズ素材の磁氣的均質性の磁束密度ごとのチェック：材質磁氣的テスト治具による測定で電子線を曲げる偏向磁界 B_D が曲り角（偏向角）を 2×10^{-5} 以下に押さえる範囲（：0.025Gauss以下）に入っている。その他各磁極片の加工，組立精度及び磁極片とヨークの接続上の問題及び対策等は今回質問事項1参照。
- 個々の電子レンズの積み上げが同心度2～10umに入るようにされている。
- 残余の光軸不正は偏向コイル(2～3)段の微小偏向で対応している。
- 結果として高い分解能の容易な再現性、各種観察操作（電子回折，X線分布，EELS分析）などで腑に落ちない現象からの自由が保証されるのである。

質問9

磁界レンズを設計するにあたり、コンピュータシミュレーション（数値計算）は、十分に役割を果たしていますでしょうか？
また、どのような点でシミュレーションは役立っているといえるのでしょうか？

例えば、シミュレーションで計算された磁界レンズのCsは、実際のレンズを計測して得られるCsとよく一致していますでしょうか？

TEMの対物レンズのように磁気飽和が発生するような非常に強い励磁電流の場合、シミュレーションの計算結果と実際に作製された磁界レンズとでは、実用的なレベルで一致するものなのでしょうか？

新しい磁界レンズを設計する場合、シミュレーションの結果を参考にすることは多いですか？

それとも、過去の経験に基づいて設計していくことが多いのでしょうか？

回答9

荷電粒子線のコンピュータシミュレーションは、現在MEBS社等から各種用途のシミュレーションソフトが市販されているように、幅広く使用され役立っていると思われる。

分析電子顕微鏡002A/002Bの開発当時（1980年頃），すでにCleaverが磁界型レンズについてFEMによるシミュレーションを実施していた。Cleaverによると、対称磁界型対物レンズの最小値は、 $C_s=0.42\text{mm}@200\text{kV}$ であった¹⁾。このレンズは強励磁されており、磁極先端部は磁気飽和している。002A/002Bの対称磁界型対物レンズは、このCleaverのシミュレーション結果を参考にして設計された。そして、 $C_s=0.3\text{mm}(100\text{kV}/002\text{A})$ ， $C_s=0.4\text{mm}(200\text{kV}/002\text{B})$ を，ビーム傾斜法により実測し，実測値とシミュレーションの計算結果とがほぼ一致することを確認した。

現在では，新しい磁界レンズを設計する場合には，まずシミュレーションし実測と比較しながら開発を進めるとと思われる。上述のようにFEMが開発されて間もない1980年頃においても，FEM等のシミュレーションソフトの結果を参考にして対物レンズが設計された。

文献：1) Cleaver, J.R.A.: Optik, **57**, No.1 (1980) 9-34