球面収差補正用薄膜レンズを用いた走査透過電子顕微鏡の 高分解能化に関する研究

研究課題番号 61850069

昭和62年度科学研究費補助金(試験研究(2)) 研究成果報告書

昭和63年3月

研究代表者 日比野 倫夫

(名古屋大学工学部教授)

図·本館



昭和62年度科学研究費補助金(試験研究(2)) 研究成果報告書

研究課題番号 61850069

研究課題 球面収差補正用薄膜レンズを用いた走査透過電子顕微鏡の 高分解能化に関する研究

1. はしがき

走査透過電子顕微鏡(STEM)は、微細構造の像観察の機能と微小領域の分 析機能を合わせ持ち、新素材の開発への応用が期待できる。また、信号電子の検 出効率が通常形透過電子顕微鏡(CTEM)に比して高いため、電子線照射損傷 を受けやすい生物試料の観察に適している。このような利点にもかかわらず、従 来のSTEMは分解能がCTEMより劣るという欠点があり、その普及率は必ず しも高いとはいえなかった。このことは逆に、CTEMと同程度あるいはそれを 上回る空間分解能を持ったSTEMが実現できれば、その応用分野が格段に広が ることを意味している。STEMに限らず、一般に電子プローブ装置の空間分解 能は電子プローブ径によって決まり、その電子プローブ径は、電子ビームを細く 絞るプローブフォーミングレンズの球面収差によって究極的に制限される。この ため、電子レンズの球面収差の補正は、今日に至るまで常に電子光学における中 心的課題の一つとして研究が続けられてきている。しかしながら、種々の技術的 困難により、これまでに提案された補正法はどれも実用化に至っていない。

本研究は、プローブフォーミングレンズの球面収差を補正することにより、通 常では得られない極微小電子プローブを実現し、それによりSTEMの分解能を 向上させることを目的としたもので、61年度、62年度の2ヶ年にわたり遂行された。 球面収差補正に用いたのは、当研究グループで開発し、過去15年間に渡って実績 を積み重ねてきた薄膜レンズと呼ばれる特殊な静電レンズである。この薄膜レン ズに対する従来の基礎研究の成果を踏まえて、その実用化を目指すという観点か ら研究を行った。研究の結果は、薄膜レンズによる球面収差補正が電子プローブ の高電子流密度化に極めて有効であり、STEMの高分解能化に対する有力な手 段となる可能性を示唆している。

古屋大学回言 51202 o R

2. 研究組織

研究代表者	:	日比野倫夫	(名古屋大学・工学部・教授)
研究分担者	:	下山 宏	(名古屋大学・工学部・助教授)
研究分担者	:	杉山 せつ子	(名古屋大学・工学部・助手)
研究分担者	:	花井 孝明	(名古屋大学・工学部・助手)

3. 研究経費

昭和61年度	З,	800	千円
昭和62年度	1,	500	千円
計	5,	300	千円

-2-

4. 研究発表

(1) 学会誌等

発表者	<u>テーマ名</u>	学会誌名等	巻 号 百 丘
日比野倫夫。	Foil lens - Correction of spherical	Flectron	1. p. 255
花井麦田	Aberration-	Microscony	(1986)
		1986	(1000)
		1000	
龙井老朋	A Shadow Imago Wothod for Monsurgmonts of	Electron	1 n 207
	A Shauow Imaye rethou for reasonements of Avial Commethical Abannations of A Droba	Hieronoony	$\frac{1}{(1000)}$
口儿打佣大,	AXIAI GEOMETICAL ADELTATIONS OF A PRODE-	MICTOSCOPY,	(1980)
凡势 進	Forming Lens	1986	
Hilling 7		F1	4
杉田ゼつ子。	calculations of Discrimination Limit in	Electron	<u>1,</u> p. 429
日比野倫夫,	Bright and Dark Field SIEM	Microscopy,	(1986)
丸勢 進		1986	
日比野倫夫。	Resolution in Scattering Contrast Imaging	Electron	1, p. 431
山田憲幸.	by Means of Bright and Dark Field STEM	Microscopy,	(1986)
丸勢 進		1986	
丸勢 准.	A High Voltage Scanning Transmission	Flectron	2. p. 901
日比野倫夫	Electron Microscope Developed at Nagova	Microscopy.	(1986)
	liniversity	1986	(1000)
	un voi or cy	1000	
口比較於土	Observation of Atomic Number Dependent	Floctron	2 n 010
	Contract Using Cignal Manipulation in Uigh		$\frac{2}{1000}$
山本九剛,	Contrast using Signal Manipulation in night	MICTUSCUPY,	(1900)
山村龍可,	VOITAGE SIEM	1986	
山田憲幸,			
丸勢 進		-	
日比野倫夫	磁界型電子レンズの球面収差補正の研究	電子顕微鏡	<u>21</u> , 2, p.99
			(1986)
花井孝明,	Heasurment of Axial Geometrical Aberrations	Ultramicroscopy	20, 3, p.329
日比野倫夫。	of the Probe-Forming Lens by Means of the		(1986)
丸勢 進	Shadow Image of Fine Particles		
	-		
日比野倫夫	High Voltage Electron Energy Loss Spectro-	J. Electron	35. 4. p. 422
林逸樹	scopy Evaluated from Signal to Noise Ratio	Microscony	<u> </u>
	boopy Evaluation from orginal to notice hatte		
丸勢 准	A High Voltage Scapping Transmission	電子米学研究の	10 n 2
	Electron Microscono Dovelened at Nagova		$\frac{10}{(1095-1096)}$
口儿打佣大	Iniversity	(U)	(1903-1900)
力数 任	Construction of a high voltage meaning	Nowaii Cominan	n 15
凡穷 進,	transmission electron microscope	nawali seminar	µ. 13 (1007)
日比野偏天 11	LITANSMISSION ELECTION MICROSCOPE	on Electron	(1987)
		MICROSCOPY	
下山 宏	Develope of field emission gun for 1MV	Hawaii Seminar	p. 21
	electron microscope	on Electron	(1987)
		Microscopy	

(2) 口頭発表

発表者	テ - マ 名	学会等名	発表年月
日比野倫夫他	STEMにおける各種信号電子像のSN比の 検討	昭和61年電気関係 学会東海支部連合 大会	1986.10
下山 宏他	加・減速電子レンズの電子光学的特性	昭和61年電気関係 学会東海支部連合 大会	1986. 10
下山 宏他	有限プローブ径に対する Boersch Effect の 計算機シミュレーション	昭和61年電気関係 学会東海支部連合 大会	1986. 10
日比野倫夫, 花井孝明 他	電子レンズの球面収差低減の話	日本電子顕微鏡学会 分科会	1987.5
日比野倫夫 他	STEMにおける各種信号電子像のSN比	日本電子顕微鏡学会 第43回学術講演会	1987.5
下山 宏他	Boersch 効果のモンテカルロ計算結果の評価法	日本電子顕微鏡学会 第43回学術講演会	1987 . 5
日比野倫夫 他	不均一支持膜上のAu原子のSTEM観察に おけるSN比	昭和62年電気関係 学会東海支部連合 大会	1987.10
花井孝明, 日比野倫夫 他	超高圧STEMにおける無染色タバコモザイク ウイルス像のSN比	昭和62年電気関係 学会東海支部連合 大会	1987. 10
花井孝明, 日比野倫夫 他	薄膜レンズ特性の形状による変化	昭和62年電気関係 学会東海支部連合 大会	1987. 10
花井孝明, 日比野倫夫 他	走査透過電子顕微鏡における像ノイズの測定	昭和62年電気関係 学会東海支部連合 大会	1987. 10
下山 宏 他	Boersch 効果に起因する電子ビーム中の密度 分布の変化	昭和62年電気関係 学会東海支部連合 大会	1987. 10
下山 宏 他	Remolding によるW Field Emitter の再生	昭和62年電気関係 学会東海支部連合 大会	1987. 10
花井孝明	電子レンズの高次軸上収差	日本電子顕微鏡学会分科会	1987.12

5. 研究成果

(1) 薄膜レンズの球面収差補正特性の計算

電子レンズの球面収差係数を次式で定義する。

$$\delta \mathbf{r} = \mathbf{C}_{SS} \alpha^{3} + \mathbf{C}_{SS} \alpha^{5} \tag{1}$$

ここでδrはレンズ像面における球面収差量、αはプローブ収束半角、C₅₃及び C₅₅はそれぞれ3次と5次の球面収差係数である。図1に示すように薄膜レンズをプ ローブフォーミングレンズに組み合わせて球面収差補正を行う場合、3次と5次の 球面収差係数が同じ薄膜レンズ電圧(図1のV_f)で零になるのが理想的であるが、 このことはこれまで実現されていなかった。¹⁾その理由は、3次と5次の球面収差 のそれぞれに対する薄膜レンズの補正力を、薄膜と円孔電極の距離(図1のd)を 調節することでバランスさせようとすると、補正力の不足のためプローブフォー



図1 薄膜レンズの構成

-5-

ミングレンズの収差が補正しきれずに残ってしまうためである。

この問題について、まず薄肉レンズ近似を使った検討を行った。図2に示すよう な薄膜レンズ(焦点距離 f_F 、3次球面収差係数 C_{SF})とプローブフォーミングレ ンズ(焦点距離 f_0 、3次球面収差係数 C_{S0})の組合せを一枚のレンズと考えた合 成レンズの焦点距離をf、球面収差係数を C_S としたとき、 f_F >> f_0 の条件の下で 次の関係が成立する。

$$C_{S} / f^{4} = (C_{S0} / f_{0}^{4}) - \{C_{SF} / (f_{F} + |D|)^{4}\}$$
(2)

foil lens

ここで、Dは薄膜レンズとプローブフォーミングレンズ主面間の距離である。こ の式で、右辺第2項が薄膜レンズの補正力を表すと考えられる。したがって、薄膜 レンズの形状を保ったまま補正力を増すためには、Dの値を小さく取る、即ち薄 膜レンズをプローブフ

ォーミングレンズの磁 界中に置くのが有効で あることが分る。この 観点から、実際のプロ ーブフォーミングレン ズのポールピースギャ ップ内にすした を想定し た れ た うた。

図3に計算結果を示す。 この場合、Dの値はポー ルピース形状を考慮して $f_F \land f_0$ $C_{SF} \land D \land C_{S0}$ 図2 薄膜レンズとプローブフォーミングレンズの 合成レンズ

probe-forming

lens

-2mmに選んである。図3(a)

は3次球面収差係数が零になる薄膜レンズ電圧を、図3(b)はそのときの5次球面収 差係数の値を、それぞれd/R(Rは円孔電極の円孔半径)に対してプロットし てある。図3(a)でV_fをdで除してあるのは、薄膜に加わる静電力を評価するため であり、V_f/dの値が10kV/nn以下ならば、薄膜として用いる厚さ10nm程度の炭 素蒸着膜が破損しないことが経験的に分っている。図3(b)より、Rにほとんど無

-6-



図3 薄膜レンズの球面収差補正特性

関係に、d/R=0.7付近で3次と5次の係数が同時に零となり、理想的な補正特性 が得られることが分る。このとき実際に補正が可能であるためには、V_f/dが過 大とならないという条件を満たさなければならないが、これは図3(a)よりRが比 較的小さい場合に限られることが分る。

(2) 非回転対称収差のプローブ径に対する影響

前節において、5次までの球面収差が完全に補正できることを示した。球面収差 以外にプローブ電子流密度分布に影響を与える軸上幾何収差には、レンズの工作 精度の不足や磁性体の不均一性によって生ずる軸上非回転対称収差がある。従来、 非回転対称収差の中でその大きさが開口角に比例する2回対称非点収差だけが問題 とされ、通常の電子プローブ装置にはその補正のための非点補正器が備えられて いる。これに対し、開口角の2乗に比例する2次の軸上非回転対称収差は球面収差 と比較して非常に小さいため無視されてきたが、球面収差補正が補正された場合

-- 7 ---



図4 非回転対称収差が存在するときのプローブ電子流密度分布 (枠の1辺の長さが2nmに相当する。)

にこの2次収差が最終的にプローブ径を決める要因となる可能性が生じてきた。

2次の軸上収差には、3回対称非点収差と軸上コマ収差がある。²⁾図4にこれらの 収差があるときのプローブ電子流密度分布を等高線表示により示す。分布は非回 転対称に変形されると共に、径が広がっている。このような計算された電子流密 度分布から、ピークを中心に全電子流の80%を含む円を描き、その径をプローブ径 としてプローブ収東半角αの2乗に対してプロットしたのが図5である。αの小さ いところでは回折収差が、αの大きいところでは2次収差が支配的であり、2次収 差がαの2乗に比例している様子が分る。このような計算結果を基に、2次収差の 収差係数とプローブ径d_βとの関係を与える近似式を導くと次式が得られる。

$$d_{\mu} = 2, 3B_2 \alpha^2$$
 (軸上コマ収差に対して) (4)

ここで、A2は3回対称非点収差係数、B2は軸上コマ収差係数である。

(3)、(4)式を用いて2次収差のプローブ径に対する影響を評価するためには、収 差係数A₂、B₂の値を知る必要があるが、これまではそのための手法が確立され

ていなかった。そこ で本研究において、 微小な粒子の陰影像 を用いてこれら収差 係数を測定する方法 を開発した。その原 理を図6に示す。プロ ーブフォーミングレ ンズの球面収差によ り生じた火面の中に 微小な粒子からなる 試料Sが置かれたと き、S上でちょうど 光軸を切る電子線が 軸上の粒子を倍率無 限大で観察面にリン グ状に投影する3)。 図7はそのようなリン グの一例であるが、 このリングはレンズ 界の非対称性に敏感 であり、回転対称性 のよい場合に図7(b) のように完全な円で あったリングが、2回 対称収差の存在によ り(a)のように変形さ れる。また、2次収差 があるときには、図8(b)



図5 2次収差のプローブ径への影響

及び(c)に示すようなリング形状となることを、理論的に示すことができる。さら にそれらのリングの軌跡の動径の最大、最小値を試料面での電子の傾斜角に換算 した値 θ max、θ minから、収差係数を次式により求めることができる。



S: Specimen G: Gaussian image plane $M_{\rm s}$: Magnification of the shadow image

図6 倍率無限大リングの生ずる原理



図7 白金パラジウム粒子の陰影像 (a)2回対称非点収差のあるとき (b)レンズの軸 対称性がよい場合(矢印が倍率無限大リングを示す。)



図8 非回転対称収差があるときの倍率無限大リング (a)2回対称非点収差 (b)3回対称非点収差 (c)軸上コマ収差

 $|A_2|, |B_2| = |C_{S3}| (\theta_{max} - \theta_{min})$ (5)

ここで C_{ss} は、defocus量が Δz だけ異る2枚の陰影像から測定した θ_{max} 、 θ_{min} の値を使って、次式により求められる。

$$C_{S3} = \Delta Z \left(\theta_{\max}^{(1)} + \theta_{\max}^{(2)} + \theta_{\min}^{(1)} + \theta_{\min}^{(2)} \right)^{-1} \times \left\{ \left(\theta_{\max}^{(2)} - \theta_{\max}^{(1)} \right)^{-1} + \left(\theta_{\min}^{(2)} - \theta_{\min}^{(1)} \right)^{-1} \right\}$$
(6)

図9は、実際に薄膜レンズを用いて 補正を行っている状態で得られた陰影 像である。三角形の黒いリングが、3 回対称非点収差の存在を示している。 このような陰影像から、(5)式と(6)式 により3回対称非点収差係数の測定値 として3,9 mが得られた。この収差係 数の値は、現在研究室で作製している 薄膜レンズの工作精度がよくないため に比較的大きな値となっていると考え



図9 球面収差補正時の陰影像

られ、実用化の段階でこの工作精度を1桁程度向上させることはそれほど困難でないと思われる。したがって、例えば $A_2 = 0$, $3 \mu m$ と仮定して、(3)式の2回対称非点収差と

$$\mathbf{d}_{\mathrm{p}} = 1 \cdot 2 2 \lambda / \alpha \tag{7}$$

で与えられる回折収差の2乗平均で定義されるプローブ径

$$d = (d_{A}^{2} + d_{D}^{2})^{1/2}$$
(8)

をαに対してプロット すると、図10が得られ る。加速電圧は100kVで ある。図10から、得ら れる最小のプローブ径 は約0.3nmであり、球面 収差補正によりSTE Mの原子レベルの空間 分解能を達成しようと する際には、2次収差が 制限となる可能性があ ることが分る。



図10 3回対称収差による最小プローブ径の制限

(3) 球面収差補正による走査透過電子顕微鏡(STEM)の像質改善

上記の補正特性の計算を基にして、プローブフォーミングレンズのポールピー

スギャップ内に組み込み可能な薄膜レンズの設計を行った。その際、従来の薄膜 レンズで問題となっていた薄膜のコンタミネーションによる性能の劣化も併せて 改善するために、①STEMの真空排気系統の改善、②薄膜に不必要な電子線照 射を与えないような薄膜レンズの構造、の2点を実現することに留意した。

①の真空排気系統の改善については、従来実験に用いてきた走査像観察装置の 付いた日立H-500H電子顕微鏡の試料室付近の排気を行うポンプを、油拡散ポンプ からターボ分子ポンプに交換すると同時に、ポンプから試料室に至る配管の排気 コンダクタンスを極力大きく取るようにした。この結果、到達真空度こそ大幅な 改善がみられなかったものの、炭化水素系残留ガスの分圧の減少により、数十時 間にわたる補正実験の間、薄膜のコンタミネーションはほとんどみられなかった。

図11に、新しく設計製作した薄膜レンズの外形を示す。この薄膜レンズは、可 動絞りの機構を利用して電子線の通路上から容易に引き抜け、最大4枚の薄膜レン ズを真空を破らずに交換できるる構造とした。電圧は、薄膜レンズを保持する板 ばねを通して印加するようになっている。

この薄膜レンズを用いて、実際にプローブフォーミングレンズの補正を行いな がら撮影したSTEM像を図12に示す。(a)は薄膜レンズに電圧を印加しない場合、 (b)は450Vの補正電圧を印加した場合の金粒子の像である。加速電圧は100kV、プ



図11 新しく作製した薄膜レンズの構造

ローブ収東半角は43.6mrad である。(b)では補正効果に より、(a)と比べて像質が向 上していることが分る。今 回の実験の場合、理論から 予想される最適補正電圧は 1.1kVであるが、電圧の増加 とともに2回対称非点収差が 増大し、備え付けの非点補 正器の補正能力を越えてし まったため、最適電圧まで 印加することができなかっ た。この原因は、薄膜レン ズをポールピースに保持す る部分の工作精度が極端に 悪く、結果として薄膜レン ズが光軸に対して傾いてし まっているためと考えられ る。この点については現在 改善中である。



図12 薄膜レンズのSTEM像に対する効果

(4) 像質の定量的評価法

これまで既に薄膜レンズの性能評価として球面収差の測定¹⁾、プローブ径の直 接測定⁴⁾、薄膜の電子線透過率の測定⁵⁾を行い、薄膜レンズの有用性を証拠づけ る多くのデータを得ている。しかし、STEMが本来像観察を行う手段である以 上、最終的には、現存するSTEMの像質を薄膜レンズを用いて改善できること を直接的に実証する必要がある。ところが、像質の評価には多分に任意性があり、 像質の善し悪しを決める基準はこれまで曖昧であった。特に、補正前と補正後で はプローブ収束角やビーム電流の最適値が異るため、それぞれの最適条件でとっ た像が非常に異った印象を与え、このことが像の比較を一層困難にしていた。そ こで、薄膜レンズの像に対する効果を定量的に評価する手法の開発を行った。 STEMでは像コントラストは電気的に任意に増幅できるので、解像度は像信

号のSN比で決まる。ここでSN比は、1画素に渡って積分した信号と雑音のパワ ーの比

$$\gamma = \mathbf{P}_{s} / \mathbf{P}_{N} \tag{9}$$

で定義し、信号の直流成分は除いて考える。一般にγの値は、同一視野の2枚の像の相関係数rから

$$\gamma = \mathbf{r} / (1 - \mathbf{r}) \tag{10}$$

により、画像全体に渡っての平均値として推定される。こしかしながら、もし信



図13 1画素当りの検出電子数の度数分布

号と雑音が共に正規分布の母集団からのサンプルとみなせ、さらに何等かの方法 で雑音のパワーP_Nを知ることができれば、γの最尤推定量として

$$\gamma = -1 / 2 + (4 \text{ N P}_{\text{N}})^{-1} \Sigma (\mathbf{x}_{\text{i}} + \mathbf{y}_{\text{i}})^{-2}$$
(11)

を使うことが有力である。ここで、x、とy、は2枚の像における画像データ、Nは 1画面の画素数、Σは全画素についての和を表す。(11)式による推定は、(10)式に よる推定と比較して推定の誤差を半分にできることが知られている⁷⁾。

(11)式を用いて γ を推定するには、 雑音成分のパワーを求める必要がある。S T E M における雑音としては、 一般に量子統計雑音が支配的であるといわれてお り、もしそうであるならば雑音のパワーは信号電子数の平方根として求められる が、実際の信号検出系において量子統計雑音以外の雑音がどの程度影響するかは 明らかにされていない。そこで、シンチレータ・フォトマルチプライヤ及びビデ オアンプからなる実際のSTEMの検出系において、検出電子数が一定のときの 電子数の分散すなわち雑音成分のパワーの大きさを調べた。

図13は、1画素当りの検出電子数の度数分布を調べた結果の一例であり、STE





Mの通常の結像条件である1画素当り100~10000個の平均電子数のときには、雑音 は正規分布で近似できることが分った。次に、一定のビーム電流を検出器に入れ たときの、1画素当りの平均検出電子数に対するSN比を図14に示す。この場合の 信号は直流成分のみであり、Psは信号の直流レベルに対応している。破線で示し たのは、量子統計雑音の場合に期待されるSN比である。この結果は、実用的な 電子数の範囲内では量子統計雑音が支配的であり、SN比が約300程度になると他 の雑音要因のために飽和することを示している。したがって、実際の試料がある ときのビデオアンプの出力電圧をA/D変換してコンピュータに取り込み、同時 にビーム電流をモニターして図14から雑音のパワーを決めれば、式(11)を用いて 像のSN比を推定することができる。

図14には、STEM像を写真撮影した後にフィルムの黒化度から測定したSN 比も併せて示してある。フィルムの粒状性によるSN比の低下が著しく、写真撮 影した像を用いて像質の評価を行うのは得策でないことが分る。

SN比の評価のための具体的な処理は以下の通りである。2枚の連続して取られたSTEM像は、試料のドリフトのためにわずかに視野がずれるので、相互相関 関数を利用して位置合わせを行ったのちにSN比の計算を行う。相互相関関数の 計算は、高速フーリエ変換を利用しており、像の取り込み及び演算は、パーソナ ルコンピュータを利用したシステムにより行っている。本システムにより像質の 評価を行えば、薄膜レンズの球面収差補正効果による像質の改善を直接的に示す ことができると考えられる。

(5) 信号電子検出法に関する検討

薄膜レンズは、その原理上、電子線の通路に置いた導電性薄膜による電子の散 乱が避けられない。薄膜の電子線透過率及び散乱電子の試料上での分布は既に実 験的に調べており、通常薄膜として用いている約10nmの厚さの炭素蒸着膜の透過 率は加速電圧100kVで約85%であり、散乱電子は試料上で一様なバックグラウンド となることが分っている⁵、一般に薄膜の透過率をTとしたとき、薄膜による散 乱電子が全て検出器に入ったとすればSN比は約T倍に低下する。しかし、図15 に示すように試料後にレンズを置いた場合、薄膜に対する共役面と試料に対する 共役面が異るので、試料の共役面上に絞りを挿入することにより、試料からの散



図15 薄膜による散乱電子の除去



図16 絞りの角度に対する散乱電子除去率の変化

乱電子を失うことなく薄膜からの散乱電子の一部を除くことができる。この際、 もちろんSTEM像の視野はこの絞りによって制限されるが、高倍率での観察に は全く影響はない。いま、試料からその共役面への倍率をMとし、絞りの半径を r_A、試料後方レンズの焦点距離をf_Aとすれば、薄膜から

$$\theta = \mathbf{r}_{\theta} / \mathbf{M} \mathbf{f}_{\theta}$$
(12)

の角度以上に散乱された電子は絞りによって除かれることになる。

このことを確かめるために、実際に試料の共役面に絞りを挿入し、薄膜からの 散乱電子が絞りのないときと比べてどの程度減少するかを調べた。測定された散 乱電子数N_mと、薄膜の膜厚から理論的に導かれる全散乱電子数N_T⁵ から、絞り による散乱電子の除去率Eを

 $\mathbf{E} = \mathbf{N}_{\mathsf{M}} / \mathbf{N}_{\mathsf{T}} \tag{13}$

と定義し、絞りの径による除去率の変化を求めた。加速電圧を100kV、薄膜の厚さ を11nm、倍率を1としている。結果を図16に示す。実線は理論的な散乱の角度分布 から求めた除去率であり、測定値は膜厚の誤差のため幾分理論値より低い値とな っているが、最も小さい直径37µmの絞りを用いたときの除去率は約40%に達してい る。今回の実験では便宜的にM=1としたが、高分解能の用途には視野の大きさは 数µmもあれば十分なので、直径37µmの絞りでM=10程度にしてもよい。この場合 (12)式からθはM=1のときの1/10となり、図16から約70%の除去率が期待される。 したがって上記のように透過率を85%とすれば、薄膜により散乱され実際に検出器 に入る電子は、入射電子の5%足らずに抑えられることが分る。

(6) おわりに

従来、薄膜レンズを用いた球面収差補正法の問題点として指摘されていたのは 次の5点である。

①3次球面収差補正後に残る5次球面収差が大きい。②薄膜のコンタミネーション により、薄膜レンズの寿命が短い。③薄膜レンズの工作精度の不足による非回転 対称収差が無視できない。④薄膜により散乱された電子が像質を悪化させる。⑤ 球面収差補正による像質の改善を定量的に実証する手段がない。

本研究においてこれらの問題点に対する対策を講じた結果、まず①については、 薄膜レンズのプローブフォーミングレンズに対する配置と寸法パラメータの最適 な選択により、3次と5次の収差を同時に補正できることを見いだした。

また、②に関しては、STEM装置の真空系統の改良と新しい薄膜レンズの設 計製作により、実用上問題のない寿命が得られるようになった。

④については、従来から100kV程度以上の加速電圧の場合に散乱電子の量は少な く、球面収差補正により大きい角度の電子線を結像に使えることのメリットが散 乱電子のデメリットを上回ることを主張してきたが、本研究で検出器にはいる散 乱電子の量をさらに減少できることを示したことにより、散乱電子の像への影響 はほとんど問題にならないレベルに抑えられるものと考える。

⑤の像質評価の手法、及びその実現のためのシステムは開発済みであり、ST EM像の取り込みからSN比の計算までの手順も確立した。しかし、本手法で推 定したSN比の信頼性については今後確認する必要がある。その方法としては、 雑音をほとんど含まない信号に既知のパワーの雑音を重畳し、そのSN比を本シ ステムで測定して推定の精度を調べることを計画している。このようにして、推 定されたSN比の信頼性を試験した後、実際に補正前と補正後の像質評価に用い る予定である。

以上述べてきたように、上記の問題点のうち③以外については本研究によりほ ぼ解決できたと考えてよい。したがって、薄膜レンズの実用化の成否を決める要 因は、どの程度の薄膜レンズの工作精度が実現できるかに絞られてきた。(2)の項 で述べたように、現在手作業で行っている薄膜レンズの作製及びセッティングを、 精密機械なみの精度で行えるように外注した場合、もし現在の10倍の工作精度が 実現できるとすれば100kVで0.3nmの解像度が期待できる。これはCTEMの解像 度に匹敵するものであり、STEMの解像度をCTEMなみに引き上げるという 当初の目的は達成されることになる。また、何等かの方法によりさらに工作精度 を向上させることができれば、0.1nmレベルのプローブ径を実現する可能性も出て くる。ただし、この場合には十分なビーム電流を確保し、また色収差を小さく抑 える必要から、輝度が高く電子のエネルギー広がりの小さい電界放出電子銃を薄 膜レンズと併用することが不可決となろう。

参考文献

- 1) M.Hibino, S.Sugiyama, T.Hanai and S.Maruse, J. Electron Microsc. <u>27</u> (1978) 259
- 2) H.Koops, Optik <u>52</u> (1978/1979) 1
- 3) J.M.Cowley, Ultramicroscopy <u>4</u> (1979) 413
- 4) T.hanai, M.Hibino and S.Maruse, J. Electron Microsc. <u>33</u> (1984) 329
- 5) S. Sugiyama, M. Hibino and S. Maruse, J. Electron Microsc. <u>33</u> (1984) 323
- 6) J.Frank and L.Al-Ali, Nature 256 (1975) 376
- 7) N.J.Bershad and A.J.Rockmore, IEEE Trans. Information Theory (1974) 112