

## 極低加速電子顕微鏡

近年、走査電子顕微鏡（SEM）では500 V以下の極低加速電圧での観察事例が増加している。本稿では極低加速電圧での観察を実現するためのSEM装置構成及び原理について解説を行い、その応用例として充放電後の電池正極のフッ素系析出物とペンタセンの観察事例を紹介する。

揚村 寿英

### 1 はじめに

走査電子顕微鏡（SEM：Scanning Electron Microscope）は、種々の材料の表面形態をnmからmmスケールで観察するツールとして広く利用されている。SEMは1938年にvon Ardenneによって発明されたが<sup>1)</sup>、しばらく商用化には至らなかった。しかし1960年にEverhartとThornleyによってシンチレーターと光電子増倍管を組み合わせた検出器が発明され<sup>2)</sup>、1965年にCambridge Scientific Instrumentにより“Stereoscan”が初の商用機として発売されて以降、SEMを用いた研究が発展した。

近年、多様化する材料のSEM観察では、電子ビームによる試料ダメージの低減（形状変化の抑制）、nmオーダーで変化する最表面の形態観察が必須となっている。一次電子が試料に入射した際の飛程（一次電子が試料内で到達した最深部と試料表面との距離）は、一次電子の入射エネルギーが0.5 keV程度でようやく10 nmより短くなる。SEMでは試料から放出された二次電子（SE：Secondary Electron）や後方散乱電子（BSE：Back Scattered Electron）を検出して画像化するが、SEやBSEは一次電子の飛程よりも深い領域から放出されることはない。したがって最表面の形態観察を実現するためには、0.5 kV以下の極低加速電圧に設定する必要がある。この極低加速条件で分解能を維持するためには電子光学系の色収差を低減する必要がある。色収差低減に寄与するSEMの重要な構成要素は、電子源と対物レンズである。それぞれの要素は時代とともに研究が進められ、SEMの性能向上に貢献してきた。

本稿では、極低加速SEMに必要な電子源や対物レンズの技術を電子光学系の原理から解説し、観察事例を紹介する。なお、極低加速電圧と言っても、加速電圧が明確に規定されているわけではない。一般的には低加速電

圧が1 kV前後、極低加速電圧は0.5 kV以下として扱われることが多く、本稿でもその慣例に従う。

### 2 極低加速SEMにおける高分解能化の原理

#### 2.1 SEMの原理

図1にSEMの構成の一例とその原理図を示す。図1の例では電子源にショットキー電子源（SE：Schottky Emitter）を用いている。引出電極に印加された電圧によって電子源から引き出された電子ビームは、加速電極によって所望の加速電圧まで加速され、その後1段あるいは複数段のコンデンサレンズと対物レンズを経て試料上に集束される。コンデンサレンズは絞りとの組み合わせで、試料上でのプローブ電流や試料に照射される電子ビームの集束角（以降、開き角とする）を制御する。対物レンズは、試料上のビーム径、すなわち分解能に最も影響する構成要素である。偏向コイルは、集束した電子ビームを所望の領域内で試料上を走査するために用いられる。各走査点から放出されるSEやBSEは、種々の検出器によって検出される。偏向コイルの偏向周期と検出される信号を処理回路にて同期させてモニター上にSEM画像として表示させる。ここで、試料上の走査幅を $L_s$ 、モニター上の画像幅を $L_M$ とすると、SEMの観察倍率は $L_M/L_s$ となる。

#### 2.2 ビーム径と相互作用領域

電子ビームのビーム径は回折収差、球面収差、および色収差で決まる。厳密には電子源の輝度も関係するが、冷陰極電界放出電子源（CFE：Cold Field Emitter）やSEを用いて高分解能観察する条件ではほとんどビーム径には影響しないため、本稿では考慮しないこととする。それぞれの収差の説明を図2に示す。

図2(a)に示す回折収差は電子の波動性に起因して発生するボケで、原理的に補正できない収差である。ここで開き角を $\alpha$ とすると、回折収差によるビーム径は次式で示される。

Ultra-Low Voltage Scanning Electron Microscope.

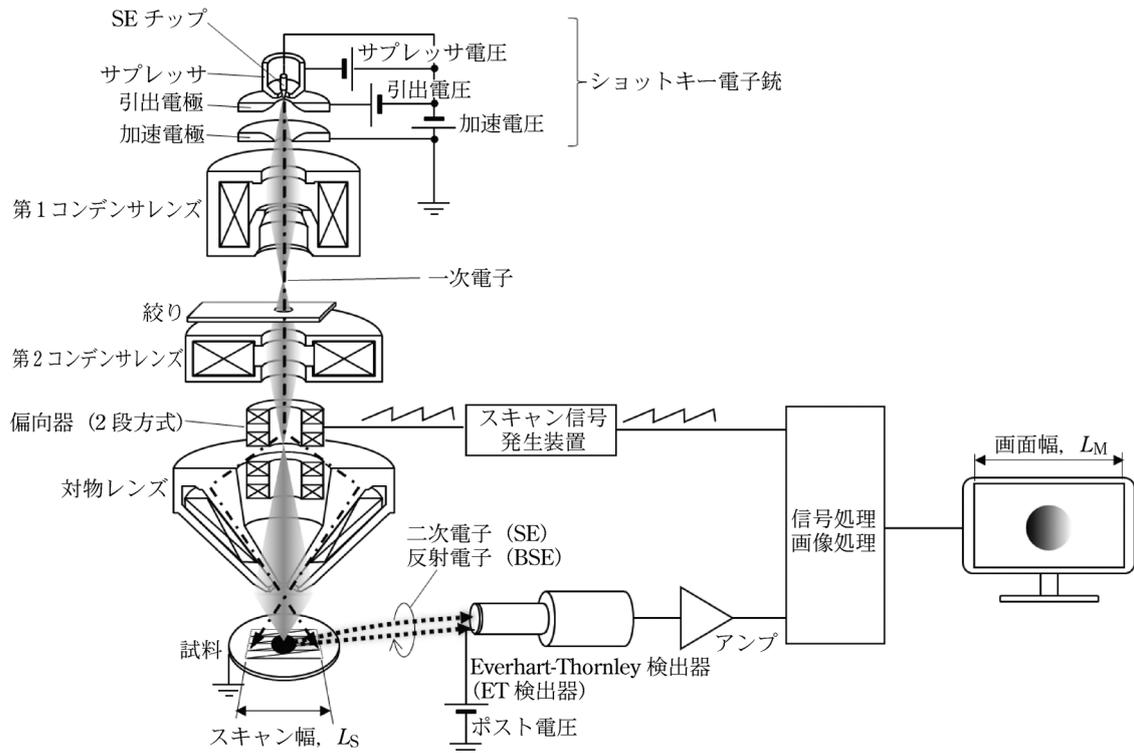


図1 走査電子顕微鏡の原理図

$$d_d = 0.61 \frac{\lambda}{\alpha}$$

ここで $\lambda$ は電子の波長で、 $\sqrt{1.5/V_{acc}}$  [nm] で計算できる。 $V_{acc}$ は加速電圧である。回折収差は開き角 $\alpha$ に反比例する。

図2(b)に示す球面収差はレンズを電子が通過する際の半径方向の位置によって集束点が変わることにより発生するボケであり、次式で表現できる。

$$d_s = \frac{1}{4} C_s \alpha^3$$

ここで $C_s$ は対物レンズの特性で決まる球面収差係数である。球面収差は開き角 $\alpha$ の3乗に比例する。

図2(c)に示す色収差はエネルギーの違う電子がレンズを通過する際に半径方向の位置が同じでも集束点が変わることにより発生するボケであり、次式で計算できる。

$$d_c = \frac{1}{2} C_c \frac{\Delta V}{V_{acc}} \alpha$$

ここで $C_c$ は対物レンズの特性で決まる色収差係数、 $\Delta V$ は選択する電子源で決まるエネルギー分散（エネルギー幅）である。色収差は開き角 $\alpha$ に比例する。

以上の収差から試料に集束された電子ビーム径 $d$ は

$$d = \sqrt{d_d^2 + d_s^2 + d_c^2}$$

で求めることができる。回折収差が開き角 $\alpha$ に反比例

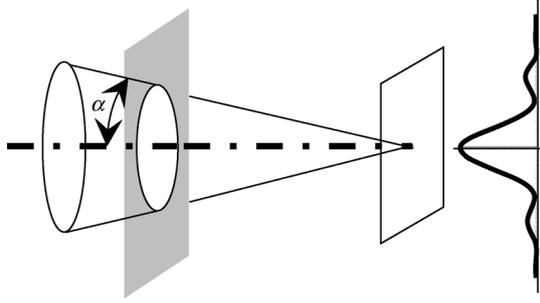
していることから、最小ビーム径を実現するための最適開き角が必ず存在する。

ビーム径は $XY$ 方向の分解能に影響する。一方SEMでは、電子ビームが試料に入射した際の相互作用領域が $XY$ 方向だけでなく $Z$ 方向の分解能にも影響する。加速電圧が0.1 kV, 0.5 kV, 1.0 kVの条件でのビーム径と、それぞれのエネルギーの一次電子がSiに垂直入射した際の相互作用の様子をモンテカルロシミュレーションした結果を図3に示す。ビーム径の計算では $C_s$ と $C_c$ をそれぞれ1 mmに、 $\Delta V$ を0.3 Vに設定した。

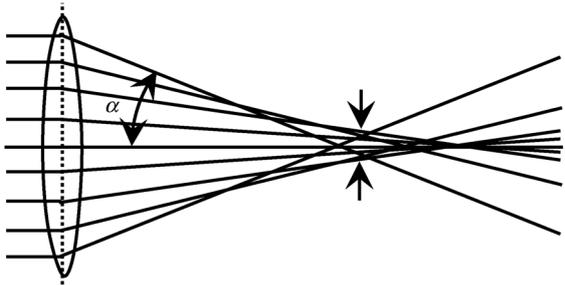
それぞれの加速電圧で最小のビーム径を実現する最適開き角が存在することがわかる（図3の矢印）。加速電圧が低くなると最適開き角を実現する条件では球面収差の影響は小さくなる（色収差の赤線と、回折収差の黒線で最適開き角が決まる）。ただし図3の例でも $C_s$ が1 mmよりも大きい場合はグラフの球面収差の青線が上にシフトし、 $C_c$ が1 mmよりも小さい場合は色収差の赤線が下にシフトする。したがって条件によっては最適開き角が回折収差と色収差だけでは決まらず、球面収差の影響も無視できないことには注意が必要である。

加速電圧が高くなると回折収差と色収差が低減できるため、ビーム径、すなわち $XY$ 方向の分解能を小さくできる。一方、試料に一次電子が入射すると、試料内で電子が弾性および非弾性散乱を繰り返す、最終的にSEやBSEが試料から放出される。SEM画像は放出されたSEやBSEを検出することで形成されるため、一次電子と試料の相互作用領域の大きさも $XY$ 方向の分解

(a) 回折収差  $d_d \propto \frac{1}{\alpha}$



(b) 球面収差  $d_s \propto \alpha^3$



(c) 色収差  $d_c = \infty \alpha$

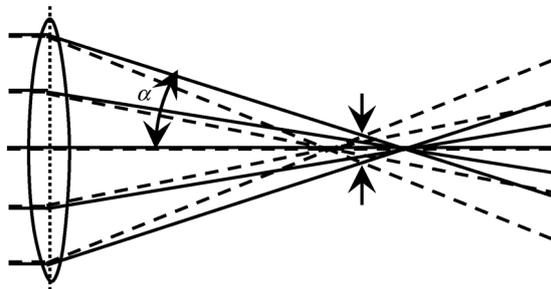


図2 主要収差の説明図

能に影響する。例えば図3に示すように、一次電子と試料の相互作用領域は加速電圧が高くなるほど大きくなり、 $XY$ 方向の分解能の低下だけでなく $Z$ 方向の分解能も低下する。 $Z$ 方向の分解能は試料にも依存するが、一般的にSEは試料表面から5 nm程度の領域（SEの脱出深さ）から放出され、BSEは平均的には一次電子の飛程の1/3の領域（BSEの脱出深さ）から放出される<sup>3)</sup>。したがって試料表面10 nm以下の表面形態や組成情報を得たい場合は、0.5 kV以下の極加速電圧に設定しないと実現できないことになる。

### 2.3 電子源

前節では極低加速電圧のビーム径が主に色収差に起因することを示した。色収差に影響するのは $\Delta V$ と $C_c$ で

ある。本節では $\Delta V$ を決める電子源について説明する。SEMで使用されている電子源を輝度、放射角電流密度、およびエネルギー幅で表1に整理した。

Wヘアピン電子源はWの多結晶ワイヤを曲げ成型したもので、ヘアピンに電流を流したときの発熱で放出される熱電子を用いる電子源である。安価に製造できるメリットはあるが、エネルギー幅が2 eV程度と大きく極低加速SEMには適さない。

CFE電子源はCrewらによって発明された<sup>4)</sup>。CFE電子源はWヘアピン部にスポット溶接したW(310)単結晶線の先端をNaOH溶液などに漬け、直流あるいは交流電圧を印加してエッチングし、100 nm以下の径まで先鋭化させた電子源である。引出電極に3 kV以上の電圧を印加し、先鋭化したチップ先端に強い電界を与えてトンネル効果で電子を引き出す原理である。0.3 eV程度の非常に小さいエネルギー幅を実現できるため、極低加速SEMに適している。一方、加熱せずに常温で使用することから、真空内のガス分子がCFEチップ先端に吸着・脱離することによってエミッション電流が不安定になり、最終的には放電によってチップを破壊することもある。そのためCFEチップ周辺の真空度を常に $10^{-8}$  Pa以下に維持する必要がある。

SE電子源はSwansonらによって発明された<sup>5)</sup>。SE電子源はWヘアピン部にスポット溶接したW(100)単結晶線の先端をエッチングして100~500 nmの径に成形し、単結晶線のエッチングをしていない柱状部分に $ZrO_2$ を焼結させた電子源である。Wヘアピン部に2~2.5 Aの電流を流して1700 Kまで加熱し、 $ZrO_2$ がW(100)上を熱拡散してチップ先端まで到達することで、W(100)の仕事関数4.6 eVが2.7 eVまで下がる。この条件で引出電極に1.5~4 kVの電圧を印加し、ショットキー効果による真空準位の低下と加熱による熱電子励起によって電子を引き出す原理である。CFEと比べてエネルギー幅が0.5~0.8 eVと大きいですが、Wヘアピンと比較して十分小さいため、低加速SEMでは長く利用されている。また加熱しているためCFEのようなガスの吸着・脱離によるエミッション電流の変動が極めて少なく、長時間安定した使用が可能である。さらにはCFEと比較して輝度は小さいが、多くのプローブ電流を実現する指標となる放射角電流密度は数倍大きいという特徴があり、一次電子を試料に照射した際に発生するX線を取得して組成を特定するSEMでは必須の電子源となっている。色収差が $\Delta V$ だけでなく $C_c$ にも依存するため、 $C_c$ が極めて小さい電子光学系が実現できれば、SE電子源は極低加速SEMでも十分利用できる電子源である。

### 2.4 対物レンズと減速法

本節ではもう一つの色収差に影響する因子である色収

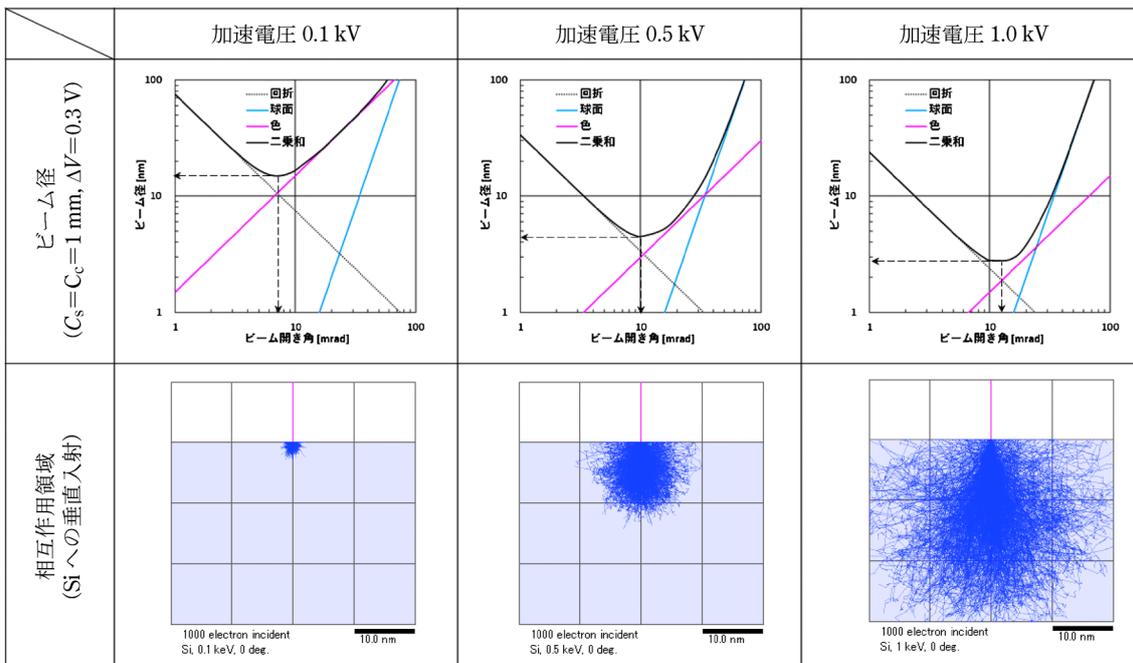
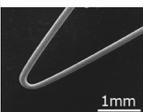
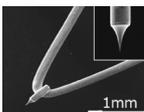
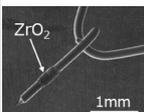


図3 各加速電圧における空間分解能

表1 各種電子源の輝度，放射角電流密度，エネルギー幅

電子源	W ヘアピン	Cold Field Emitter (CFE)	Schottky Emitter (SE)
形状			
輝度 [A/cm <sup>2</sup> /Sr/V]	1~10	10 <sup>4</sup>	10 <sup>3</sup>
放射角電流密度 [μA/Sr]	—	10~30	50~200
エネルギー幅 [eV]	2	0.3~0.4	0.5~0.8

差係数  $C_c$  を決める対物レンズと減速法について説明する。図2(c)に示したように、色収差は電子ビームのエネルギー分散に伴う集束点の違いによるボケである。この原理から一般的に  $C_c$  は対物レンズの焦点距離  $f$  に比例し（ほぼ同じ条件もある）、 $f$  が短くなれば  $C_c$  が小さくなる<sup>6)</sup>。図4に対物レンズ短焦点化の検討図を概念的に示す（厳密にはレンズの主面位置と試料間の距離は  $f$  とは一致しない）。

最も簡便な短焦点化は作動距離（WD: Working Distance）を短くすることである（図4左図）。WDは対物レンズ先端部と試料との距離で定義される。WDを短くすることで高分解能化する方法はSEMユーザには一般的に知られていることである。しかしWDによる短焦点化は試料が対物レンズに衝突する直前までが限界となる。

SEMの対物レンズには磁界型のレンズが広く用いら

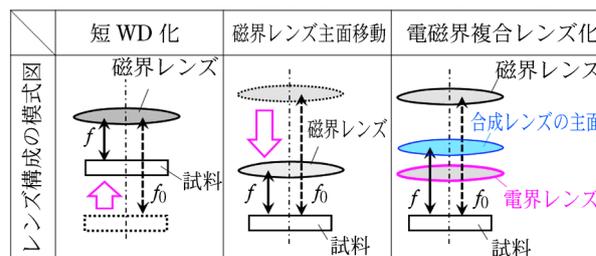


図4 対物レンズ部での高分解能化の検討概念図

れおり、主に発生磁場を試料側に漏らさないアウトレンズと、積極的に漏らすセミインレンズがある<sup>7)</sup>。アウトレンズは磁性材料の観察や試料から放出されるBSEの検出のためにその軌道を大きく変えたくない分析用途（例えばEBSP: Electron Back-Scattered diffraction Patternによる結晶方位解析など）に適している。磁界レンズのレンズ主面は、おおよそ対物レンズが生成する磁場分布のピーク位置に存在する。セミインレンズは磁場を積極的に試料側に漏らすことによって磁場分布のピーク位置を対物レンズの先端よりも試料側に生成して  $f$  を短くし、結果として小さい  $C_c$  を実現している（図4中図）。しかし2・2節で示したとおり、磁界レンズだけでは原理的に回折収差と色収差は加速電圧が低くなればなるほど大きくなり、結果として分解能が劣化する。したがって極低加速条件で高分解能観察を実現するためには、セミインレンズでも不十分であった。

更に  $f$  を短くする手法として電磁界複合レンズ化し、複合レンズの主面を磁界レンズ主面から試料側にシフトさせる二つの方法がある（図4右図）。一つはアウトレ

レンズの磁場空間内を高エネルギーで加速させる電極を組み合わせて対物レンズ出口の直前で減速させるブースティング法<sup>8)</sup>である。もう一つはアウトレンズあるいはセミインレンズの磁場空間を高エネルギーで加速させつつ試料に負バイアスを印加して試料直前で減速させるリターディング法<sup>9)</sup>である。

図5を用いてブースター法とリターディング法を概念的に説明する。図5上段はアウトレンズとセミインレンズによる磁界レンズ主面の位置の違いを示している。アウトレンズは内磁路、外磁路、およびコイルによって生成される磁界レンズが内磁路と外磁路の間に形成されるのに対し、セミインレンズは内磁路と試料の間に形成される。このレンズ構造の違いによって、WDは変わらず磁界レンズの主面を試料側に移動することを実現している。図5下段左側はアウトレンズとブースター法を組み合わせた図である。磁界レンズ内にライナー電極を挿入し、8 kV程度の正電圧（ブースター電圧）を印加する。+8 kVを印加したライナー電極先端と接地電位にある外磁路との間に電界レンズが形成されるため、複合レンズとしてのレンズ主面は磁界レンズよりも試料側にシフトする。図5下右側はセミインレンズとリターディング法を組み合わせた図である。試料に

2~10 kVの負電圧（リターディング電圧）を印加し、内磁路先端と負電圧を印加した試料の間に電界レンズが形成される。そのため複合レンズとしてのレンズ主面はブースター法と比べてより試料に近くなり、リターディング法の方が $f$ は短く $C_c$ も小さい。一方試料に電圧を印加するため分解能に影響する電界レンズ場の均一性の確保は平坦な試料に限られ、凹凸のある試料にはリターディング法は適用できない。ブースター法でも試料上には弱い電界が残るが試料形状の影響を受ける程度ではない。またリターディング法では試料に負電圧を印加するため、加速電圧と試料に一次電子が照射される電圧は一致しない。例えば試料に-4 kVを印加し、照射電圧を0.1 kV、0.5 kV、1.0 kVに設定したい場合は、加速電圧をそれぞれ4.1 kV、4.5 kV、5.0 kVに設定する必要がある。したがってリターディング法では極低加速電圧ではなく極低照射電圧と置き換えた方がよい。

比較のため、表2にアウトレンズ、セミインレンズ、アウトレンズ+ブースター法、およびセミインレンズ+リターディング法のWD=4 mmでの $C_c$ 概算値を示す。表から磁界レンズのみでは加速電圧（照射電圧）には依存せず、 $C_c$ が一定であることがわかる。ブースター電圧 $V_b$ と加速電圧 $V_{acc}$ の比とリターディング電圧 $V_r$ と照射電圧 $V_i$ の比は減速比と呼ばれ、減速比が大きいほど磁界レンズのみの $C_c$ と比較して複合レンズの $C_c$ 低減効果は大きくなる<sup>10)</sup>。0.5 kV以下の極低加速SEMでは、複合レンズによる $C_c$ 低減効果が大きいことが表2からもわかる。2・2節で示したように色収差依存のビーム径 $d_c$ は $V_{acc}$ に反比例するため、 $C_c$ が一定であれば $V_{acc}$ が低くなるほど $d_c$ は大きくなるが、複合レンズを適用することでビーム径の増大を抑制できる。

### 3 観察事例

#### 3.1 電池正極のフッ素系析出物

充放電を繰り返した電池の正極表面にはフッ素を含む析出物が生成される。フッ素系の材料は絶縁物でもあり、電子線に敏感でダメージを受けやすいため、適切に加速電圧を選択する必要がある。図6(a)に加速電圧2 kVで、(b)に加速電圧0.03 kVで析出物の表面を観察したSEM像をそれぞれ示す。2 kVでは明らかにチャージの影響と、電子線によりダメージを受けて変形してい

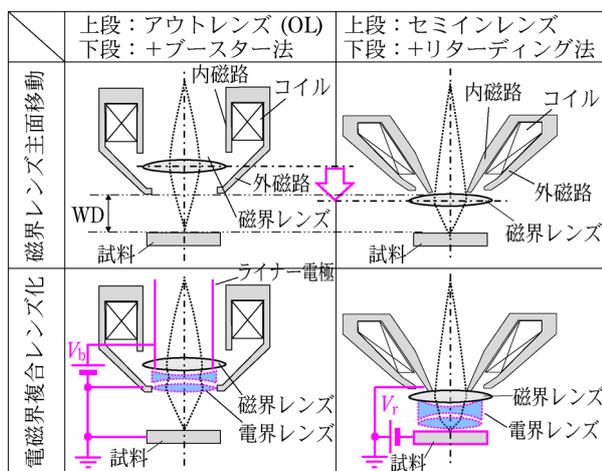
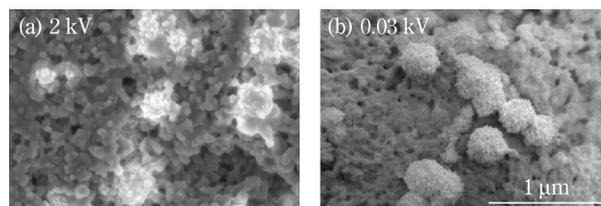


図5 ブースター法とリターディング法による高分解能化の概念図

表2 色収差係数の比較

レンズ種類	加速電圧 $V_{acc}$ (照射電圧 $V_i$ )		
	0.1 kV	0.5 kV	1.0 kV
アウトレンズ	7.0 mm		
セミインレンズ	2.5 mm		
アウトレンズ+ブースター法 ( $V_b=+8$ kV)	0.3 mm ( $V_b/V_{acc}: 80$ )	0.8 mm ( $V_b/V_{acc}: 16$ )	1.3 mm ( $V_b/V_{acc}: 8$ )
セミインレンズ+リターディング法 ( $V_r=-4$ kV)	0.1 mm ( $V_r/V_i: 40$ )	0.4 mm ( $V_r/V_i: 8$ )	0.6 mm ( $V_r/V_i: 4$ )



(a) 照射電圧 2 kV, (b) 照射電圧 0.03 kV

図6 電池正極フッ素系析出物のSEM像

る様子が観察できるが、0.03 kV ではそれらの影響が排除され、析出物の細かい表面形態が観察できている。この観察結果から極低加速 SEM は、電子線によるダメージが顕著な試料、また最表面の構造を詳細に観察したい試料に有効であることがわかる。

### 3.2 ペンタセン

ペンタセンは図 7(a) に示すように五つのベンゼン環

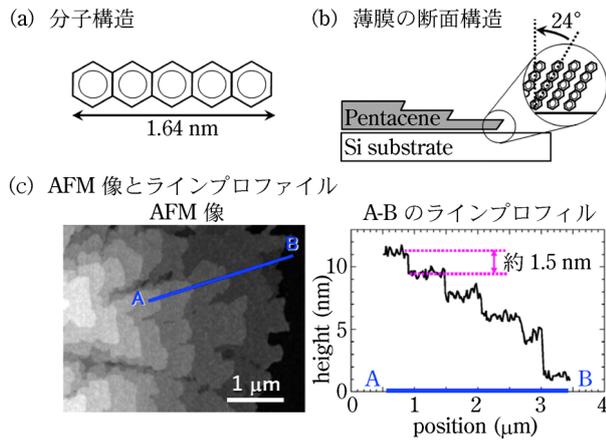
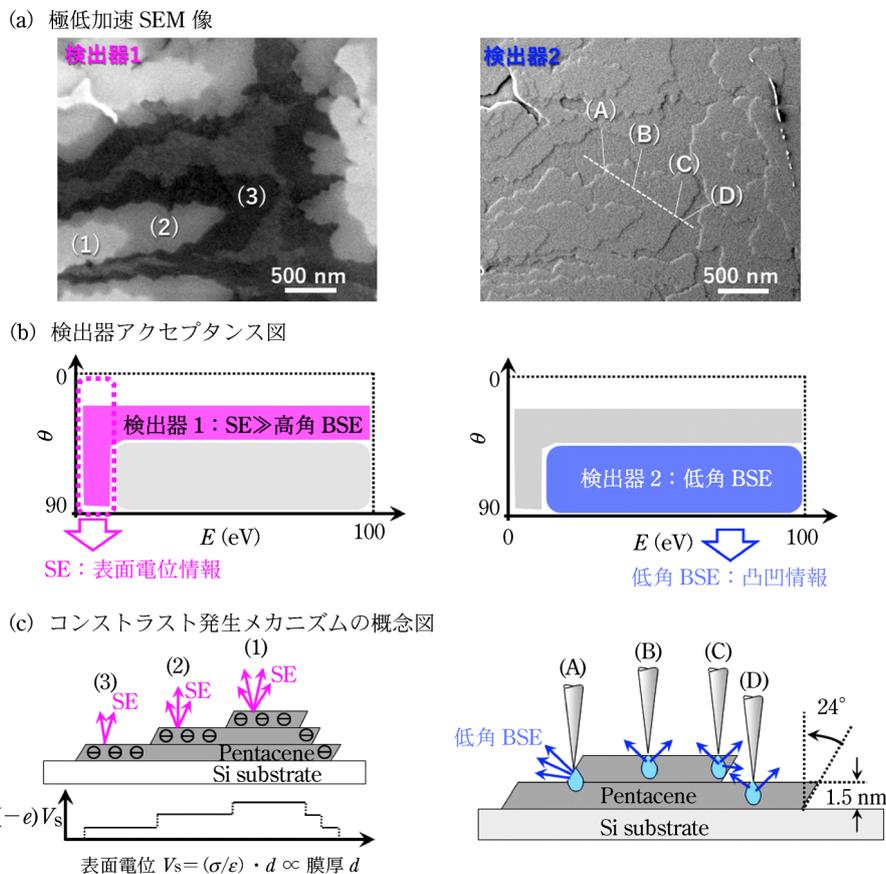


図 7 ペンタセンの構造

が結合した有機半導体材料で、有機薄膜トランジスタや有機 EL ディスプレイに適用されている。以下の実験・検証は森下らによって実施されたものである<sup>11)</sup>。図 7 (b) に示すように Si 基板上に積層したペンタセンは垂直軸から 24° に傾いている。ペンタセンの長さは図 7(a) に示すとおり 1.64 nm であるから、ペンタセン一層で垂直方向に約 1.5 nm の厚みを持つことになる。図 7(c) に AFM 像と A-B のラインプロファイルを示す (AFM 像は(株)日立製作所の橋詰富博博士よりご提供頂いた)。各層が 1.5 nm でステップ上に積層していることがわかる。

1.5 nm のステップを観察する場合、図 3 で示したように試料の相互作用領域の観点から照射電圧を低く設定して SEM 観察することが望ましい。図 8(a) に照射電圧 100 V で同じ視野を違う検出器で SEM 像を取得した結果を示す。検出器 1 と検出器 2 では明らかにコントラストが違うことがわかる。以下その要因を考察する。

図 8(b) に検出器 1 と検出器 2 のアクセプタンス図をそれぞれ示す。アクセプタンス図とは、試料から放出された全電子のうちどのエネルギーと角度の電子が検出器に到達したかを示す指標である。図では 0° が試料から垂直に放出された電子であり、90° が試料と平行に放出



(a) 検出器による SEM 像の違い, (b) 検出器アクセプタンス図の説明, (c) コントラスト発生メカニズムの概念図

図 8 ペンタセンの極低加速 SEM 像とコントラスト説明図

された電子である。照射電圧が100 Vのため放出された電子のエネルギー範囲は0~100 eVであり、その中でSEのエネルギー範囲は一般的には0~50 eVである。検出器1では、0~10 eV程度の広い角度範囲で放出されたSEと20~45°の高角のBSEが検出されているが、その検出効率はSEの方が多いためSEの情報が多く含まれると考えられる。SEは一般的には試料表面の電位情報を有している。一方検出器2では、45~90°で放出された低角BSEが検出されている。一般的にはSEは試料の凹凸情報を、BSEは組成情報を有しているとされている。それは極低加速電圧以外の条件では、SEの脱出深さ(約5 nm)がBSEの脱出深さ(一次電子の飛程の1/3の領域)よりも浅いことに起因している。極低加速電圧では図3に示したように一次電子の飛程が5 nmより短くなるため、BSEでも凹凸の情報が反映される。

アクセプタンス図による考察からそれぞれの検出器で得られたコントラスト発生メカニズムを検討した。まず検出器1で取得したSEM像について考察する(図8(c)左図)。一次電子が試料に入射して発生するキャリアが生成する表面電位は、図に示したようにペンタセンの膜厚(すなわち層数)に比例する。図8(a)の検出器1のSEM画像上にラベルされた(1)(2)(3)では層数に比例したコントラストが観察されることから、図8(c)概念図の(1)(2)(3)のそれらと同じ場所と考えられる。(3)層周辺では層数に比例したコントラストになっていないが、導電率や誘電率がペンタセンとは違うSi基板部であること、あるいはチャージの影響も考えられ明確にはいまだ説明できていない。次に検出器2で取得したSEM像について考察する(図8(c)右図)。図8(a)の検出器2のSEM画像上にラベルされた(A)(B)(C)(D)では、(A)部が一番明るく(D)部が一番暗い。図7で示したように、ペンタセンはSi基板上に垂直軸から24度に傾斜して積層されている。したがって(A)部では電子ビームがペンタセンに66°(=90°-24°)の角度で入射し、入射角度効果によって垂直入射の(B)(C)部よりも多くのBSEが放出されて検出器2で検出されるため、明るいコントラストとなっていると考えられる。一方(D)部は(B)(C)部とBSEの放出量は同じであるが、上段のペンタセン層に一部BSEが入射して検出器2に到達しないため、暗いコントラストとなっていると考えられる。

#### 4 その他の応用

Müllerováは、カソードレンズと呼ばれる一種のリターディング法を用いて、100 V以下の極低加速条件下で結晶の回折、エネルギーバンド構造、あるいは欠陥に依存したコントラストが得られることを示している<sup>12)</sup>。同じ極低加速条件を使用する顕微鏡に低エネルギー電子

顕微鏡(LEEM:Low Energy Electron Microscope)がある。LEEMは100 V以下の一次電子を走査せず試料に照射し、試料から放出されるSEやBSEを結像系レンズでCCDに投射して二次元画像を形成するため、TEMに類似の電子光学系を持つ<sup>13)</sup>。一方Müllerováの方法は結像系レンズを持たず、また一次電子を走査するSEMの電子光学系で二次元画像を形成するため、Scanning LEEM(SLEEM)と呼ばれている。照射電圧が100 V以下と同じ条件のため、一次電子と試料の相互作用によって放出されるSEやBSEが持つ試料の情報はLEEMとSLEEMは等価である。ただし、LEEMでは対物レンズの後焦点面に結像される回折スポットを選択することで試料の結晶方位の違いによるコントラストを得ることができる一方、SLEEMでは放出されたSEとBSEをまとめて検出してしまうため回折スポットの選択ができない。しかし照射電圧を変化させることで結晶方位の違いによるコントラストの変化を捉えることができる。例えば青山らは商用SEMのリターディング法を用いたSLEEMを用いて、フェライト、マルテンサイト、オーステナイトの三相が混在する鉄鋼を観察し、10 V以下で照射電圧を適切に選択すれば、それぞれの相がSEM像のコントラストとして分類できることを示している<sup>14)</sup>。

#### 5 おわりに

本稿では走査電子顕微鏡の基本原則と理論的なビーム径算出方法、および電子ビームと試料の相互作用領域を用いたXYZ分解能の考え方を解説した。また極低加速SEMでビーム径を小さくするためには色収差を低減する必要があることを示し、色収差の低減方法としてエネルギー幅の小さい電子源、例えばCFE電子源を選択すること、色収差係数の小さいブースティング法とリターディング法を用いた電磁界複合対物レンズを適用することを解説した。さらには電池正極のフッ素系析出物とペンタセンの極低加速SEM像を観察事例とし、フッ素系析出物では低ダメージかつ最表面形態が観察できることを、ペンタセンでは異なる検出器でのコントラスト発生メカニズムについて示した。

特に100 V以下の極低加速条件下では、更に $C_c$ と $\Delta V$ を小さくする手法である収差補正器<sup>15)16)</sup>やモノクロメータ<sup>17)~21)</sup>がSEMに搭載されてくれば、低ダメージで1 nm以下の最表面の形態、結晶構造など容易かつ高分解能で観察できる可能性があるため、金属、半導体、絶縁物、高分子、生物など様々な材料の観察にSEMが引き続き広く使用されることが期待される。

最後に、本稿をまとめるにあたりデータの提供と考察にご協力頂いた立花繁明氏と竹内秀一氏(株)日立ハイテク)、森下英郎氏(株)日立製作所)に深謝いたします。

## 文 献

- 1) M. von Ardenne : *Z. Tech. Phys.*, **19**, 553 (1938).
- 2) T. E Everhart, R. F. M. Thornley : *J. Sci. Instrum.*, **37** 246 (1960).
- 3) J. I. Goldstein, C. E. Lyman, D. E. Newbury, E. Lifshin, P. Echlin, L. Sawyer, D. C. Joy, J. R. Michael : "Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis. 3<sup>rd</sup> ed.", Edited by J. I. Goldstein, pp.61-98 (2003), (Kluwer Academic /Plenum Publishers, New Your Boston, Dordrecht, London, Moscow).
- 4) A. V. Crew, D. N. Eggenberger, J. Wall, L. M. Welter : *Rev. Sci. Instrum.*, **39**, 576 (1968).
- 5) L. W. Swanson : "A review of the Zr/O Schottky Cathode. In : *Handbook of Charged Particle Optics*", Edited by J. Orloff, pp.77-102 (1998), (CRC press, New York).
- 6) P. W. Hawkes : "Aberrations. In : *Handbook of Charged Particle Optics*", Edited by J. Orloff, pp.223-274 (1998), (CRC press, New York).
- 7) K. Tsuno : "Magnetic lenses for electron microscopy. In : *Handbook of Charged Particle Optics*", Edited by J. Orloff, pp.143-176 (1998), (CRC press, New York).
- 8) J. Frosien, E. Plies, K. Anger : *J. Vac. Sci. Technol.*, **B7** (6), 1874 (1989).
- 9) R. F. W. Pease : *IEEE 9th Annual Symposium on Electron, Ion, and Laser Beam Technology*, pp. 176-187 (1967).
- 10) E. Munro, J. Orloff, R. Rutherford, J. Wallmark : *J. Vac. Sci. Technol.*, **B6** (6), 1971 (1998).
- 11) 森下英郎, 竹内秀一, 波田野道夫, 大嶋 卓, 伊東祐博 : 日本顕微鏡学会第 68 回講演要旨集, p.79 (2012).
- 12) I. Müllerová : *SCANNING*, **23** 379, (2001).
- 13) 境 悠治 : *ぶんせき*, **2000**, 142.
- 14) T. Aoyama, Šárka Mikmeková, H. Hibino, K. Okuda : *Ultramicroscopy*, **204** 1, (2019).
- 15) J. Zach, M. Haider : *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res.*, **A363** 361, (1995).
- 16) M. Steigerwald, C. Hendrich, D. Preikszas, K. Schubert : "A Mirror-Corrected Scanning Electron Microscope. In : *Frontiers of Characterization and Metrology for Nanoelectronics*", Edited by E. Secula, and D. Seiler, pp.51-55 (2013).
- 17) H. W. Mook, P. Kruit : *Ultramicroscopy*, **78** 43, (1999).
- 18) H. W. Mook, P. Kruit : *Ultramicroscopy*, **81** 129 (2000).
- 19) T. Ogawa, B. Cho : *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res.*, **A772** 5, (2015).
- 20) T. Ogawa, B. Cho : *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res.*, **A800** 18, (2015).
- 21) R. Young, S. Henstra, J. Chmelik, T. Dingle, A. Mangnus, G. van Veen, I. Gestmann : *Proc. of SPIE*, **7378**, 737803 (2009).



揚村寿英 (Toshihide AGEMURA)

(株)日立ハイテク ナノテクノロジーソリューション事業統括本部評価解析システム製品本部解析システム設計部 (〒312-8504 茨城県ひたちなか市市毛 882 番地)。筑波大学大学院数理物質科学研究科物質・材料工学専攻修了。博士 (工学)。《現在の研究テーマ》電子顕微鏡製品の設計部長として製品開発に従事。《趣味》登山。  
E-mail : toshihide.agemura.zh @ hitachi-hightech.com

## 新刊紹介

アトキンス 物理化学要論 第7版

Peter Atkins · Julio de Paula 著  
千原秀昭・稲葉 章・鈴木 晴 訳

物理化学の教科書として長年愛読されている「アトキンス物理化学要論」の最新版が4年ぶりに発刊された。第7版からの大きな変化は、これまでの“章”と“節”が廃止され、“テーマ”と“トピック”にまとめ直されたことである。教科書を用いる場合、章や節の若い順から学ぶことが多いが、一つ躓いてしまうと先に進めず、苦手意識を抱くこともあったかと思う。本書では、必要に応じてテーマやトピックを行き来しながら学習できるように配慮されている。各テーマのはじめには

トピック間の関係が、各トピックのはじめには“学ぶべき重要性”、“習得すべき事項”、“必要な予備知識”がまとめられており、学習のポイントがおさえてある。さらに、トピックの最後にあるチェックリストやテーマごとの演習によって、理解度ははかることができる。物理化学では様々な式が登場するが、“根拠”の中で導出されているものも多い。公式のように暗記するのではなく、式を正しく理解することで定着を促している。近くには、例示や例題が配置されている点もありがたい。第6版では「基本概念」として紹介のあった“ボルツマン分布”が冒頭のプロローグで解説されており、化学でみられる諸現象を理解するためには、分子論的な解釈が不可欠であるという博士の考えを表した構成となっている。分析化学における諸現象や分析機器の多くは、物理化学の理論に基づいており、本書を傍らに置いて研究や業務を見つめ直すのも良いと思う。

(ISBN978-4-8079-0977-3・B5判・613ページ・5,900円+税・2020年刊・東京化学同人)