

HITACHI SCIENTIFIC INSTRUMENT NEWS

 MAR./APR. 1989
VOL.32 NO.2

U.D.C. 001.3:5:6

目次

Imaging 特集

巻頭言

 科学、技術、日立 古谷雅樹-1
報 文

 電子顕微鏡像の直接取込みに関する実験 ... F.Huang L. D. Marks-3
顕微分光・画像解析システム 古谷雅樹-6

 走査トンネル顕微鏡の試作とその観察例 細木茂行
保坂純男 高田啓二 長谷川 剛-10
スピン偏極走査電子顕微鏡の開発と磁区観察への応用 早川和延 小池和幸 松山秀生 -14

解 説

 S-4000形日立電界放射形走査電子顕微鏡 山田 理
清水 実 影山甲子男 西岡徹弥
高橋 要 森 弘義 有馬純太郎
村田大之 山田満彦 後藤真知夫-20

 S-7000形日立高精度EB外観寸法評価装置 ... 大高 正 古屋寿弘
森 弘義 大塚 忍 肥高洋一-24

電子顕微鏡用画像解析装置とその応用 木村 淳-28

トピックス

I-2000/I-3000形日立赤外分光光度計 2

D-2520形日立GPCデータ処理装置 -13

D-2540形日立蒸留ガスクロマトグラフ用データ処理装置 19

D-6000形日立HPLCマネージャ・マルチタスクバージョン 23

第5回イオンクロマトグラフィー・フォーラム開催さる 23

第22回全日本科学機器展開催さる -23

 第8回表面科学講演大会開催さる -2
第2回TEM試料作成ワークショップを開催 13

東京、大阪、日立電顕セミナーを開催 23

Imaging 特集

巻頭言

科学、技術、日立

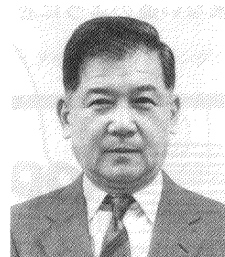
Science, Technology, and The HITACHI

古谷 雅樹*

科学の原点は、人間の抱く好奇心である。人は誰でも、周囲の事物に「不思議さ」を感じて、それを知りたいとか、理解したいという気持ちを持つ。面白いことに、不思議だと思ふ事柄は、人毎に皆違うのである。違うからこそ、人はすべて一人一人生きる価値があるのであり、他の人が思いもつかなかったことに興味をひかれた時に、新しい世界が人類に開かれて来る。このようにして、人類は何千年も自然現象の不思議さに引かれて、自然の色々な面から多くの事を学んだ結果、自然の法則について少しずつ理解を深めてきた。そして、純粋な好奇心に発した科学的発見は、本質的に国境が無く人類の共通財産となっている。それが自然科学の長い歴史であるが、そこに於ける日本人の貢献は残念ながらそれほど多くない。

知的精神を最初に与えられた太古の人類は、自らに備わった五感を通して、外界の事物や現象を観察し認識したに違いない。しかし我々の五感には能力の限界がある事にすぐ気が付く。そこで人類は我々の認識領域を拡張するために、様々な技術を開発してきた。例えば、我々の眼が受容できる電磁波は400nmから700nmまでの極く狭い波長域の光でしかないが、現在人類は波長をkmで測るような電波から、波長が 10^{-15} cmというガンマ線まで二十数桁に及ぶ波長域の電磁波を掌中に納めている。また我々の感覚は、1msの閃光と1psの閃光を識別できないが、現代の技術はその正確な測定を可能にした。そのように、人間が仕事をすることによって自然に無いものを創る能力、即ち技術の開発は、より精密で、より広範な自然像を人類に与えるようになり、それが現在、人類が地上で他の生物に打ち勝って繁栄している大きな要因となっている。周知のごとく、我が国では西欧化されて以来の1世紀余、西欧の文明を追うために、また経済的利益を伴うこともあって、国家も企業も技術の発展に全力をあげてきた。特に最近の技術の発展に対する日本の貢献の大きさについては、今更言を要しない。

我が国では「科学」と「技術」という言葉がとかく混同されやすく、必ずしも「科学」とは何か、「技術」とは何か」を正しく理解していないようにみえる。本来、科学



* 理化学研究所 国際フロンティア研究システム 東京大学名誉教授・理博 Ph.D.

と技術は全く異質な知的作業である。しかし、歴史を眺めると、両者は経緯のごとく互いに密接に関わって発展してきたことがよく判る。物理科学でも生命科学でも、今や装置の限界が研究の限界である事が少なくない。その意味で、最近の我が国に於ける科学の目ざましい発展は、日本の優れた技術に負うところが極めて大きい。しかし、その内容を丁寧に調べてみると、既にしばしば指摘されているように、「世に初めて」という類の事はむしろ少なく、海外で既に生まれていたアイディアを更に発展させたり、原理の判っている装置の性能を飛躍的に改善する事によって、新しい事実を見出すという傾向が強い。本来「科学」は個性的な人間が、それまで「誰も思いもよらなかったこと」に不思議を感じることから始まるのを思い出せば、自分の眼を持つ科学者を育てないと、真に新しい技術の芽を求めることが出来ないことは自明である。私は、日本人に独創性や創造性が存在しないとは思えない。むしろ、そのような人が伸び伸び育つ機会を、日本の画一的な教育や均質を好む社会風潮が拒んでいるような気がしてならない。そこで、私が訴えたいことは、日立製作所をはじめとする日本の代表的企業が技術の発展に加えて、基礎科学の振興に格別な配慮と投資をして戴けないかということである。長期的展望に立てば、欧米の例を挙げるまでもなく、それはもはや好むと好まざるに関わらず、我が国でも避けることの出来ない道のように思われる。科学と技術の本質をよく理解

して、両者のバランスを保った次の世代を育てないと、日本の将来に夢はないのではあるまいか。

筆者略歴

生年月日 大正15年4月9日生

学歴および学位

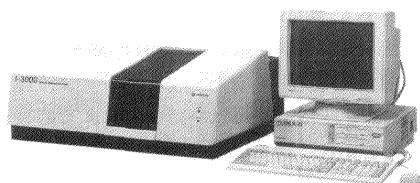
昭和20年3月 第八高等学校 理科甲類 卒業
昭和24年3月 東京大学理学部植物学科 卒業(理学士)
昭和30年3月 東京大学 大学院(旧制)(理学博士)
昭和37年6月 Yale University, Graduate School
(Doctor of Philosophy)

職歴

Feb. 1962~Aug. 1962: Research Associate,
Yale University
Sept. 1962~Aug. 1963: Research Fellow,
Harvard University
Sept. 1963~Aug. 1965: Assistant Plant Physiologist,
Brookhaven National Laboratory
昭和40年9月~43年4月: 名古屋大学理学部 助教授
昭和43年5月~44年3月: 東京大学理学部 助教授
昭和44年4月~62年3月: 東京大学理学部 教授
昭和52年4月~56年3月: 東京大学理学部附属植物園長
昭和55年1月~62年3月: 岡崎国立共同研究機構
基礎生物学研究所 教授(客員)
昭和61年10月~現在: 理化学研究所国際フロンティア研究
システム(東京大学名誉教授)

Topics

I-2000/I-3000形 日立赤外分光光度計



計測器にパーソナルコンピュータ(以下、PCと略)を採用するメリットには、(1)カラー化、(2)日本語化、(3)流通ソフト(例えば、ワープロソフト)との結合が可能、などがあります。

赤外分光光度計でも、PCを搭載したI-2000/I-3000形を発売しました。

■ 主な特長

(1) スペクトルの重ね書きなどでは、従来のモノクロCRTでは実線、点線といった形で区別していましたが、カラーCRTではもちろんスペクトルもカラ

ーです。画面上で微小なピークの違いも色別できます。

(2) 表示はすべて日本語です。

(3) マルチウインドウとはCRTの1画面上に、作業領域を表示する窓(ウインドウ)をいくつも表示することができる機能です。

(4) 270-30/50形では、フロッピーはオプションで、しかも片面ドライブでしたが、I-2000/I-3000形では両面ドライブが標準装備です。ファイル本数も、50スペクトル/1 ディスケットから100スペクトル/1 ディスケットと倍増しました。

(5) もともと取扱説明書を見ることのないようパラメータなどに対するコメントは、すべて画面表示されていますが、さらにガイダンス(取扱説明書)ページを特別に設け、操作全般に対する説明を画面表示するようにいたしました。

(6) 顧客手持ちの流通ソフト(ワープロなど)と結合することで、独自のレポート作成などPCを利用することにより、付加価値が広がります。

以上の外、270-30/50形搭載のデータ

二次処理機能はすべてI-2000/I-3000形でも標準装備しています。

第8回表面科学講演大会開催さる

63年度首記大会が、去る12月2日~3日の2日間、東京農工大学工学部で開催され、約200人の人が3つの会場に分かれて、94演題に熱心な討論が行われた。

一般講演の主なものを挙げると、(1)高温超伝導体、(2)高分子・生体・微粒子・セラミックス、(3)半導体・金属等の表面・界面、(4)薄膜の成長と物性、(5)表面物理化学および(6)表面分析と評価等である。また、シンポジウム「薄膜成長の表面過程」は全員参加の形で行われ、熱心なディスカッションがみられた。

筆者は、SIMS装置での新しい絶縁物分析法を報告したが、絶縁分析での帯電現象を避け、安定なスペクトルおよびイオン・電子像を得るのに大きな効果がある。(池辺義紀 記)

報 文

電子顕微鏡像の直接取込みに関する実験

Experiments with Direct Image Acquisition in an Electron Microscope

F. Huang* and L. D. Marks*

(昭和63年11月1日受理)

1. はじめに

高分解能電子顕微鏡を使った研究においては、実験で得られた像をいかに解釈するかが重要な問題になっている。像は必ずしも真実を示すものではなく、単一方法では容易に解釈できないことが広く知られている。そこで、結果を解釈するためには、得られた像を算定する必要が生じる。その標準的な方法としては、結晶による回折効果をマルチスライス (multislice) 計算で行い、ある種のディスプレイ装置を組み合わせ視覚的に計算像と実験結果と比較する方法がある。数多くの成功例があるにも拘らず、この方法には基礎的な制限がある。実験像を得るためには、操作者は2つの写真手順を踏まなくてはならず、また良質な最終画像を得る結像処理に必要なもう2つの写真手順が要求される。像の濃度およびコントラストは、各写真手順によって変えることができる。したがって、実際には異なる実験像と計算後の像を同一に仕上げることも極めて容易である。

ノースウェスタン大学では、電子顕微鏡から得られる像を直接コンピュータに表示して分析し、他方計算した像をなんの写真処理も行わずに表示できるシステムを最近注文した。本論文では、本システムの基本的な特長と、初期的な結果のいくつかについて述べる。

2. ハードウェアおよびソフトウェア

本システムの心臓部は、5個のアポロ・ミニコンピュータからなっている。各ミニコンピュータには専用のCPUがあり、また大形 (1,024×800または1,024×1,024) のカラー・モニタが装備され像を表示するようになっている。本システムの基本構成を図1に示す。各ワークステーションの使用に関して重要な一面として、各部は数多くの仕事を同時に実行できる能力があげられる。例えば、像を表示しながら計算を実行することが可能である。すなわち、各ユーザは実質的なコンピュータ能力が使える、大きな画面表示が計算を行う準備ができるまで待つ必要もなく、またコンピュータ使用に対する事後の遅れを待つ必要もない。画面記憶能力を装備した内部コンピュータ使用にも、時間と労力の節約が図られており、これにより像表示を待つあい路も除去されている。これらの特長の他に、本システムには、かなりの程度の重複装備が意図的に入れられている。例えば、80Mバイト、160Mバイト、500Mバイトの容量を持つ3個のハード・ディスクが本システムには装備されている。

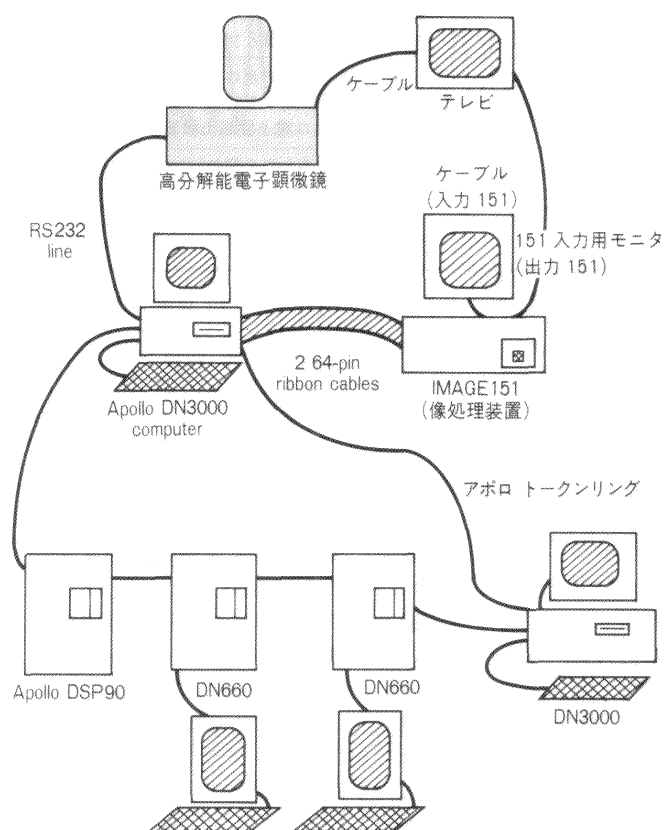


図1 ノースウェスタン大学におけるコンピュータ・システムの構成

このうちの1個を失っても、システムはなんの影響をうけることもないし、重要な情報は1個以上のディスクに重複して記憶することも可能である。また本システムは容易に拡張することができる。例えば昨年来、われわれはコンピュータ1基を増設し、本システムに現存する5基のコンピュータを、物理学および天文学科に属する他の2基のアポロ・コンピュータとネットワーク化し、全国に散在するコンピュータに対してイーサネット (Ethernet) 網による接続を図った。

これらのすべてのコンピュータに、マルチスライス・プログラムが準備されている。すなわち、SEMPERソフトウェアにインタフェースを通じて結合されたNUMIS (Northwestern University Multislice and Imaging System) プログラムが準備されている。表1にNUMISソフトウェアの概略を示す。

* Department of Materials Science and Engineering
Northwestern University, Evanston, IL 60208, U.S.A.

表1 NUMIS搭載プログラムの概略

名 称	機 能
Dfile	マルチスライス・データの会話方式コントロール
Atplot	原子位置のカラー・グラフィック表示、回転機能組込み
Project	単一セルをマルチスライスに適する処理データに変換
Prophet	結像データの会話方式制御
Ptbv	最高512×512回折波による長方形アレーのマルチスライス計算とマイクロ電子回折計算
Microv	ディスクあるいはアポロ・モニタに直接形状化された物体に対する結像、電子線の形状あるいはマイクロ電子回折の計算
Semper	アポロ・モニタ上の2個の512×512イメージ面を用いて、表示、記憶および結像を行う。
ltex	電子顕微鏡から直接送られてくる像にリアルタイムの操作を行う。

本ソフトウェアを使用することにより、原子構造を視覚的に表示したり、データ・ファイルを会話方式で変更あるいは入力し、またいかなるサイズの像をどのコンピュータにも匹敵し得る高精度、高スピードで計算することが可能になる。使用者数を制限すると、その速度はより速くなる。後者の例として、 64×256 の大きさの容量を使って 3.9×11.7 オングストロームの大きさの長方形セルを用いて計算された、[100] ビーム方向に対する超電導体 $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ のシミュレーション像を図2に示す。単純な構造の単位胞計算以外に、本システムは欠陥構造のシミュレーションにも使用できる。この例として、銅原子面を追加挿入した $\text{YBa}_2\text{Cu}_{3.2}\text{O}_x$ 超電導体の表面欠陥に対する実験像および計算後の像を図3に示す。これに用いられたプログラムは、マルチスライスプログラムに手間をかけてデータを入力する

かわりに、殆んどエラーを除去するように作られた簡単な質問／解答プログラムが一般のインタフェース手順により設計されたものである。すなわち、本プログラムは、専門的なコンピュータ・プログラマではなく、未経験の学生を意中において設計されたものである。

3. 像の直接取込み

コンピュータへの像直接取込みを可能にするため、われわれはアポロ ワークステーションの1つをImaging Technology151シリーズのフレームストアにインタフェースを通じてバス結合させている。Imaging Technology固有のCコードを改良することによりノースウエスタン大学で開発された駆動ルーチンを用い、本フレームストアは完全にプログラム可能な装置になっており、それ自身のバスとハードウェアを使用して平均化あるいは像積算のような多くの像処理操作をビデオ速度で可能にしている。本ソフトウェアは、ユーザがフレームストアに関する知識を持たなくても実行できるように設計されている。換言すれば、本フレームストアは関連する他のディスプレイのように簡単に取扱うこともできるし、またフレームストアからコンピュータあるいはその逆に像を容易に転送することも可能である。本フレームストアの最も重要な特長の1つは、 512×512 画素と8ビット深度からなる2個のメモリーと、 512×512 画素と16ビット深さの1個のメモリーからなる計3個のメモリー面を装備していることである。鮮明な像を分析するためには8ビットは充分ではない。換言すれば6ビット以上すなわち64の異なった濃度レベルは人間の目では判別不能である。しかし数値分析では64の濃度レベルはかなり不足と言える。何故なら電子顕微鏡における標準的なコントラスト・レベルは僅か10パーセントにしか過ぎないからである。顕微鏡からのTV信号を(Gatan社の単結晶YAG検知器を用いて)フレームストア内に積算することにより、標準的な撮影に必要な露出量よりずっと少ない値で非常に鮮明な像を得ることができる。標準TVカメラの非正方形画素に関しては初期的な問題が残ってはいるが、画素を約1パー

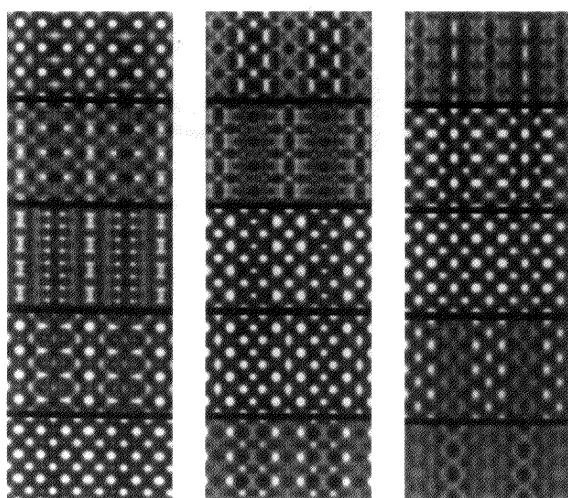


図2 厚さ38オングストローム、集点ステップ100オングストロームの $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ の[100]方向からのシミュレーション像

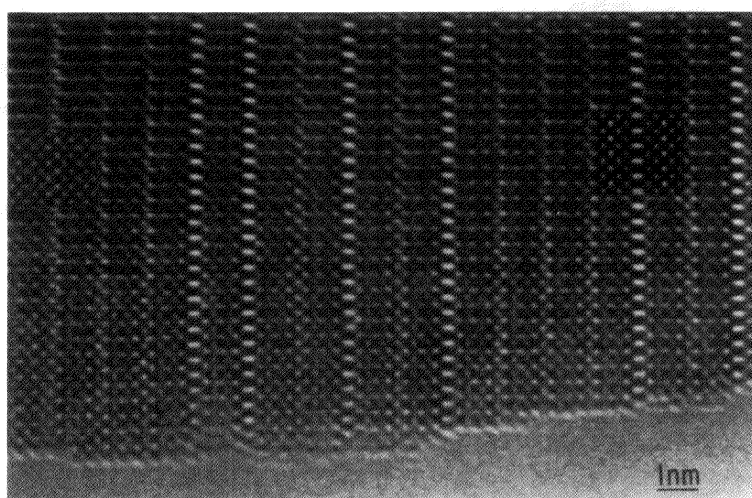


図3 $\text{YBa}_2\text{Cu}_{3.2}\text{O}_x$ にあらわれた面欠陥の観察像と計算像

セントの誤差範囲内で正方形にするためにGatan TVカメラを調整するのは容易なことが判った。

直接数値像の例として、タリウム超電導体試料を図4に示す。本試料は、約15倍のTV倍率プラス700,000の使用倍率により、2秒間の露出で60フレームの像を積算したものである。像中に添付されているのは数値光回折像である。数値像の取入れと像計算および像処理とを組み合わせ例として、(a)酸素空孔を有する仮想タリウム超電導体構造と(b)単結晶X線回折により得られた構造をC軸上に作図したシミュレーション・グラフを図5に示す。また本図の(c)ではその実験結果を示す。

(c)に示すグラフは、(a)よりもむしろ(b)に類似しているが、両者間にはまだ相当の相違が存在する。数値法による分析では、単純な目視による比較よりも良間の小さな相違に対して、より敏感である。すなわち、コンピュータで精密に調べた場合、目視により良いと思ったものが実際には悪いことがある(高いR係数により)。

像の直接取込みににおいて特に有用な特長として、コンピュータ方式のほうが、顕微鏡写真における露出よりはるかに少ない値でより鮮明な像が得られるということを示している。例えば、図4に示す像を撮影するのと同じ電子線強度でAgfa Scientiaフィルム上に像を撮影するためには、16秒の露出が必要になる。第2のより実用的な特長は、試料のドリフトや非点収差によるフィルムの無駄使いを防止できることである。ドリフトや非点収差が無いことを願いながら撮影するよりも、コンピュータ方式を使用すれば同じ露出時間のなかでなんの心配もなく検査のための像を得ることができる。

これにより、いかなる潜在的な問題も早急に判断できるし、その後の対処も可能になる。

さらに、像および光学回折パターンの特長を測定しながら

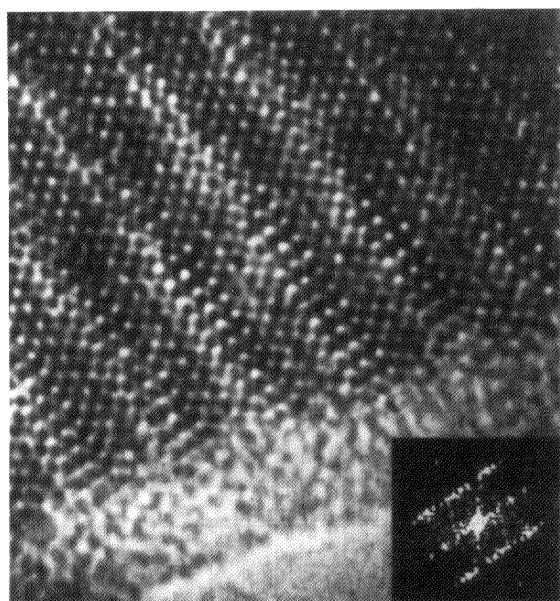


図4 電子顕微鏡からコンピュータに直接取込まれた $\text{Ti}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 試料の像(露出時間2秒)

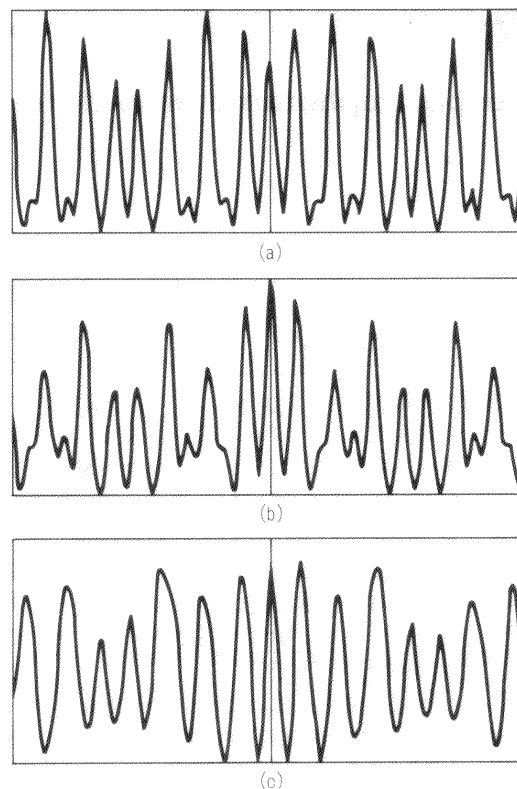


図5 計算後の像から得た一次元強度

(a)は酸素空孔を有する仮想タリウム超電導体のグラフ、(b)はX線回折により得た構造を示し、(c)は実験結果を示す。(c)に示す実験データは、(a)よりもむしろ(b)に類似しているが、両者間にはまだ相違がある。

らその場で像の解析ができる。手始めの感じではこのシステムは、実験者の効率を少なくとも2倍、もっと慣れればそれ以上の効率向上になるといえる。電子顕微鏡とコンピュータをつなぐRS232線を使って、まもなく完成させようとしている自動非点補正、電子線傾斜制御が付加できると、効率はさらに向上するであろう。より一層の研究開発が必要であるが、われわれは未熟な高分解能電子顕微鏡取扱者でも、良好な分析結果を得られるようなシステムを実現することを念願している。

4. おわりに

本研究の一部は、認可番号DMR85-1479、85-09308および84-21209の国の科学基金により推進されている。さらに超電導体に関する研究は、認可番号DMR85-20280でノースウエスタン大学材料研究所が受けた国の科学基金および認可番号AFOSR86-0344DEFで空軍科学研究所により支援されている。

本論文の執筆にあたり、原資料コードを提供していただいたImaging Technologyに対し深甚な謝意を表するとともに、特にご指導・ご支援を頂いたアポロ・コンピュータのCharlie Jernigan氏と、Tom Clarke氏、およびImaging TechnologyのIoe Lutkevitch氏、ならびに研究成果の転載を快諾されたH.Shibahara博士およびJ.P.Zhang博士に対し深甚な謝意を表す次第である。

顕微分光・画像解析システム

Microspectrophotometer with Image Analyser

古谷 雅樹*

(昭和63年11月30日受理)

1. はじめに

生物の体は、すべて細胞から成り立っている。細胞には沢山の生化学的反応が知られているが、それらは細胞という一つの溶液系の中で混在して起こっているのではなく、DNAの転写は核、呼吸はミトコンドリア、光合成はクロロプラスト、蛋白合成はリボソームというように、生体膜に仕切られた異なる微細構造に分かれて種々の機能を分業している。したがって、もし細胞内の個々の微細構造について顕微分光測光ができれば、細胞を分画精製して得た顆粒成分について測定している現状に比べて、随分手早く多くの情報が得られるはずであるが、生物学全般からみれば顕微分光測光は従来それほど重要な役割を果たしてきたとは言えない。それは何故だろうか。

現在、ふつうに使用されている分光光度計は、同一波長の測定光を2つのビームに分けて、一方を試料に、他方を対照に導く方式を採用している。例えばオリンパスDMSP型顕微測光装置は、この一波長二光束方式により各波長の100%透過を参照光として、各波長の透過率を測れるようにしてある。この方式は、透明な溶液系の場合には非常に好都合であるが、細胞は複雑な微細構造を持つ混濁試料であるので、測定微光束が通過する位置(スポット)が少しずれただけでも分光学的測定値は著しく変わり、仮に2つのビームを2つの顕微鏡に導いた装置を造ったとしても、「真の対照」を得ることは極めて難しい。しかし、二波長分光光度計¹⁾を用いて、1光路に2つの波長の測定微光束を交互に試料に与える方式を採れば、細胞の任意の部位を対照試料

なしに正確に測ることができるはずである。更に、イメージセンサーを検出部とする干渉計を用いた可視フーリエ分光器を利用すれば、機械的な波長掃査をせずにスペクトルを得る可能性も最近では出てきた。本報文では、この問題に関する従来の経緯と現状を述べさせていただく。顕微分光装置をより良いものに仕上げるための御助言、御批判を賜れば幸いである。

2. 歴史的背景

この報文を書くに際して、古いファイルを読み直してみると、最初に顕微分光光度計の開発を日立那珂工場の方々と御相談したのは昭和44年春のことであった。そのころの担当者は中村副技師長(当時)と大学を卒えたばかりの本川 忠さん(現日立インスツルメンツInc.社長)であった。当初の案は日立ESP-3T形分光光度計を用いたダブルビーム方式で、測定面積の直径は1.5から80 μ mまで可変であった。しかし、ちょうどその年に日立356形二波長分光光度計(図1、①)が生まれたので、上記の理由により、早速それを利用することにした。まず測定光スポットの径を2 μ mにすると、356形の測定光用光源では弱いので、それをゼノン灯(図1、⑦)に変えた。また顕微測光では高利得での測定を避けられないため、基線がそろわず、ノイズも大きくなる。そこで満足できるスペクトルを得るために、356形光度計の出すアナログ信号をデジタル量に変えて、当時日本で初めてのパーソナルコンピュータHITAC 10(図1、②)に導き、データ処理を行うことを試みた²⁾。今の若い人には

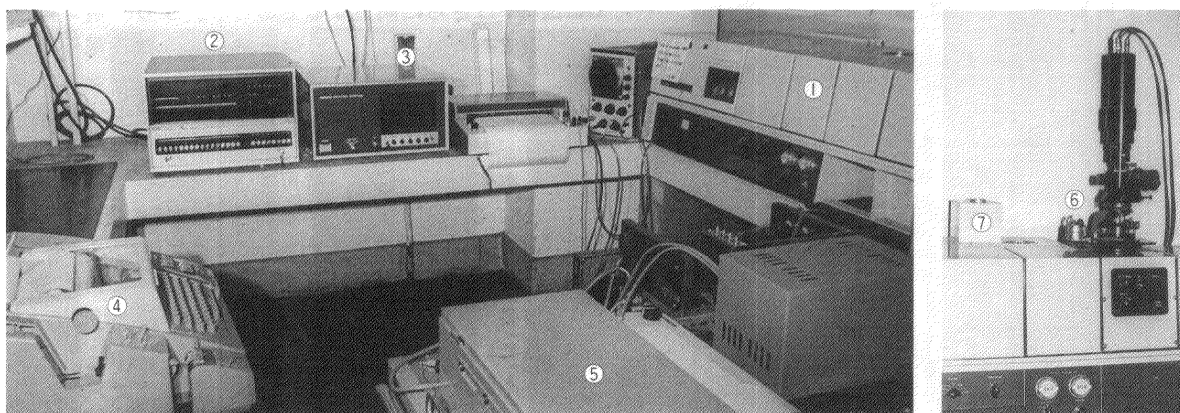


図1 電子計算機と直結した日立356形二波長分光光度計(左図①)とそれに取り付けた顕微測光装置(右図⑥)、
〔東京大学理学部に設置：昭和47年〕

①日立356形分光光度計②HITAC-10③インタフェース(A/D及びD/A変換)④データタイプライタ⑤記録計⑥顕微測光装置⑦測定ビーム用光源

* 理化学研究所 国際フロンティア研究システム 東京大学名誉教授・理博 Ph. D.

信じ難いことと思うが、このコンピュータの容量はわずか4k語であったが、その価格は約400万円であった。それがいかに高価であったかは、当時の物価指数や給与平均が現在と約1桁違うことからお察しいただけることと思う。また356形分光光度計に波長軸信号発生器を取り付けて、コンピュータからサンプリングの波長間隔（1nm）や時間間隔（1ms）を制御できるようにした。

これにニコンの顕微鏡を改造した顕微測光部（図1、⑥）を載せて得た当時のデータを幾つか紹介してみよう。356形分光光度計を1ビーム2波長方式に設定し、2つの任意に選んだ波長の測定用微光束をプリズムとレンズによって細胞の一点に導いて、両波長による吸収差 ΔA_1 を測り、予め試料のないところで同様に測った ΔA_0 との差 $\Delta\Delta A$ は試料の吸収を示す（図2）。この場合、 λ_1 を一定の波長に固定し λ_2 の波長を掃査すると、 λ_1 と λ_2 の光路が完全に平行ではないため、色収差によって λ_2 のスポットが λ_1 のスポットからしだいに外れてしまうので、広い波長域について掃査することは356形を利用する限り極めて難しいことが判った。しかし、この問題は λ_1 と λ_2 とも任意の波長に予め固定しておいて、顕微鏡の試料台を一定方向に移動させることにより細胞各部位の吸収を連続的に測定する場合（図3）には避けられる。また、 λ_1 と λ_2 の波長をわずかにずらせて掃査すれば、顕微分光でも微分スペクトルを得ることもできる。このように、顕微分光測光の緒に着くことはできたが、実は光生物学的には次に述べるような難問がまだ控えていたのである。

3. 顕微分光測光の問題点

このNewsを御覧になる分野の方々は、ほとんど御存じないことかも知れないが、植物の細胞は写真のフィルムより

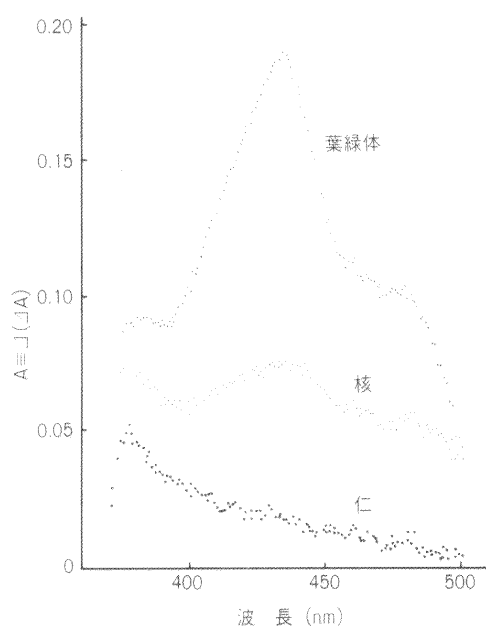


図2 図1の装置（微光束径、 $10\mu\text{m}$ ）を用いて、 λ_1 は800nm、 λ_2 を500nmから350nmまで掃査した。基線には、同じ掃査を上記の顆粒のない液胞について行った。

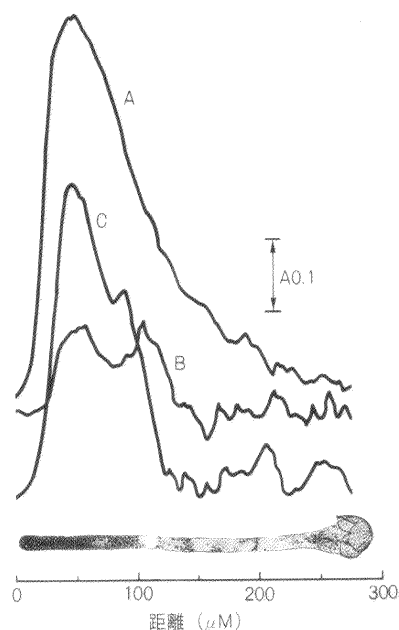


図3 ホウライシダ細胞の部位による吸収の違いを、波長固定方式（ λ_1 は800nm： λ_2 は450nm(A)、550nm(B)、または650nm(C)）によって測定した例。径 $10\mu\text{m}$ の測定微光束が、尺度の上に図示した細胞の中央を軸にそって先端（左）から基部（右）に向かって、試料台を $50\mu\text{m}/\text{min}$ の速度で移動させた。

も敏感に紫外域、可視域、赤外域の光に感じて種々の反応を起こす性質を備えている³⁾。植物の細胞は、光を有機化合物の生合成に必要なエネルギーとして利用するだけでなく、昼夜・四季の移り変わりに応じて顕著に変わる環境の光条件を情報として利用し、外界の変化に対応して細胞内の諸性質を調節することによって生存しているのである。植物細胞にはPHOTOTRANSDUCERとして蛋白色素フィトクロム及び青・紫外光吸収色素が含まれており、成長・増殖・分化のような巨視的な現象から、生体膜の諸機能、酵素の活性、更には今や大流行の遺伝子発現の様な微視的現象に至るまで、光によって制御されていることが明らかになってきた⁴⁾。

したがって、もし我々が普通行っているように可視光による光学顕微鏡で植物細胞を観察した場合、直ちにその細胞は観察に用いた光によって影響を受けてしまう。露光したフィルムをカメラに詰めて写真を撮る人はいないけれども、上記の顕微分光測光では実はそのような矛盾を犯していたのである。そこで、次になすべきことは観察光の影響を受けないで、連続的に観察が可能な顕微観察システムを開発することである。植物の細胞は、一般に動物の細胞よりも広い波長域の光に感じるが³⁾、既知の光化学反応に対する作用スペクトルや細胞の吸収スペクトルを測定してみると、900nmより長い波長の光はほとんどの場合に影響を与えないことが判る。したがって、この波長の光を用いて細胞を観察し、顕微測光を行う部位を選ばばよい。しかし、我々の眼はこの波長の光を感じないので、赤外光用の高感度ビデオカメラを開発してテレビ画面で観察することになる。

一方、上記の波長掃査に伴う λ_1 と λ_2 のスポットのずれの

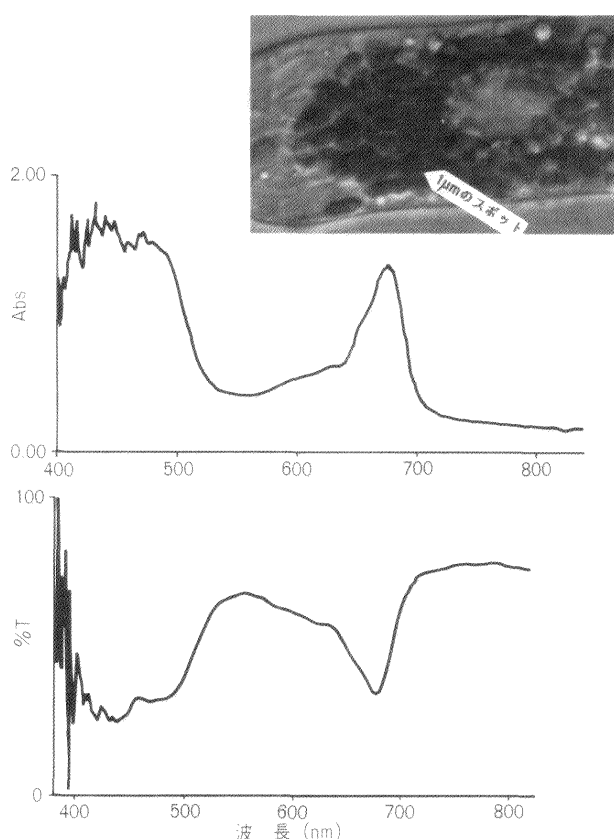


図5 シダ原糸体細胞の葉緑体の一部分(上図の矢印)を、微光束(径1 μ m)で測定した吸収スペクトル(中図)及び透過スペクトル

ったが後者は1 μ mとなり、測定時間も前者の分単位から後者は秒単位と短くなった。蛍光抗体など、蛍光物質をプローブとして細胞内の物質分布を調べる場合に、試料とした細胞の自己蛍光が強いために目的を達せられないことが少なくない。しかし、あらかじめ測定部位の自己蛍光を測定すれば、(図6)、どのような励起及び蛍光スペクトルを持つ物質をプローブにすればよいか一目瞭然となる。

細胞は一般に紫外域及び青色域に吸収極大を持つ物質を最も沢山含んでいるが、日立U6000形ではその波長域が測れない。近い将来、250nmから900nmまで測定できるフーリエ分光光度計が開発されることを強く望みたい。

6. おわりに

遅々とした歩みではあったが、漸く実際に役立つ装置が

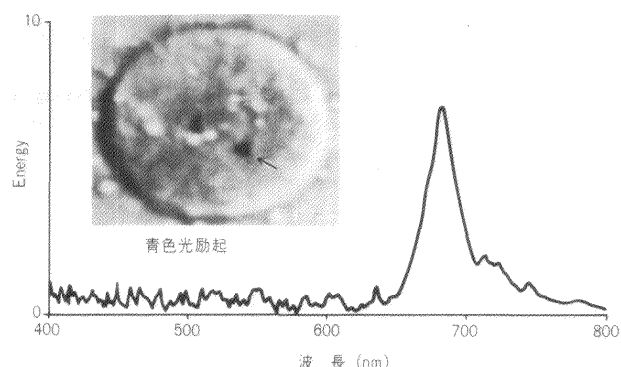


図6 単細胞藻類シャトネラ細胞の自己蛍光スペクトル
青色落射光で励起した。測定値は矢印の黒点部(径1 μ m)を測った場合

育ってきた。しかし、これで完成したのではないことは、細胞を観察し測定するたびによく判る。当面の課題は、分光測光の波長域を紫外部まで広げること、100倍の対物レンズで長時間自動的に連続して画像を記録するための自動焦点装置や、観察・測定を行う細胞を長時間一定の環境条件で維持するための試料維持装置の開発、自然のままでは測定できない低濃度で存在する細胞内物質を検出するためのプローブの開発など、数え始めるときりが無い。

本報文を終えるに当たり、この20年余りの間、上記の装置を開発するために御配慮・お力添えを賜った「この紙面には述べきれない数多くの方々」に、この機会をお借りして心からお礼を申し上げたい。特に、三好泰博、井上康則、保田和雄、本川 忠及び長谷あきらの各博士には長年にわたって格別のお世話になった。また、オリンパスの土坂新一、山岸聖明及び浜松ホトニクスの中谷 清、内山 茂の各氏、並びに那珂工場の遠山恵夫部長、松井 繁氏の御尽力なしには新しいシステムの開発はできなかったと思う。このプロジェクトを遂行するに当たり、昭和44年度東レ科学技術研究助成金をはじめ、数々の文部省科学研究助成金、理研Frontier Research Program研究費の援助を得た。ここに謝意を表したい。

参考文献

- 1) 柴田・酒井・長谷川(編)：二波長分光光度計、講談社(1979)
- 2) 古谷雅樹・三好泰博・小原正明：日本植物学会36回大会講演要旨集、90頁(1971)
- 3) 古谷雅樹(編)：環境情報、朝倉書店(1981)
- 4) M. Furuya (ed)：Phytochrome and photoregulation in plants. Academic Press (1987)

■ 訂 正

去る1月にお送りしましたVol.32 No.1に、下記の様な誤りが有りました。謹んでお詫びの上、訂正させていただきます。

頁：29 位置：左列 2.主な特長、機能 (1) 高感度

訂 正 前	訂 正 後
F-2000形は、初めての定量測定用蛍光光度計であり、単一波長での測定はもちろん、特にバックグラウンドのある蛍光物質の定量測定に有効な2、3波長演算機能を内蔵し	F-2000形は、小形ながら上位機種であるF-3010形とほとんど同じ分光器を内蔵しており、水のラマン光をS/N200以上で測定可能という高い感度を持つ。また、従来この感度

走査トンネル顕微鏡の試作とその観察例

Development of a Scanning Tunneling Microscope and It's Applications

細木 茂行* 保坂 純男* 高田 啓二* 長谷川 剛*

(昭和63年12月19日受理)

1. はじめに

従来、「顕微鏡」というと光学顕微鏡か、電子顕微鏡を意味する場合が多かった。しかし、数年ないし10年後には「走査トンネル顕微鏡（以下、STMと略す。）」も「顕微鏡」の何割かを占めるようになるかもしれない。筆者は、それだけこのSTMのもつ潜在的な能力と応用範囲の広さを感じている。

STMは、1982年にBinnigおよびRohrerによって発表された¹⁾新しい表面観察装置である。金属や半導体の試料表面に対して鋭く尖（とが）らせた探針を $\sim 1\text{ nm}$ という微小間隔に保ち、試料と探針の間に印加するわずかなバイアス電圧（ $\leq \text{数V}$ ）によって流れるトンネル電流を検出することがその基本原理である。さらに探針を試料表面上で走査することにより、原子オーダーの分解能で試料表面の形状に相当するトポグラフが得られる。

1983年にBinnigらによって発表された論文では、Si清浄表面に現れる、いわゆる 7×7 再配列構造を観察し、深さの情報を伴った表面形状を原子のスケールで明らかにした²⁾。1985年の後半には、ベル研究所、IBMワトソン研究所などから相次いで 7×7 構造に関して、単に表面構造の観察だけにとどまらず、トンネル分光法を併用した結合状態の解析にまでおよぶ論文が発表された³⁾。これらの結果は、STMが表面形状観察だけでなく、表面物性を支配する種々の状態解析にも有効であることを示していたため、世界的にSTMの研究が急速に広がりだしたと思われる。

一方、試料表面を原子オーダーの分解能で3次元計測できることを利用して、従来装置では困難であった超精密加工分野の試料に応用することも試みられだした。例えば光学部品、光ディスク、磁気ディスクなどへの応用であり、従来装置が2次元の計測が主であるのに対して、STMでは3次元の計測を直接行えることがメリットである。以下、筆者らグループの試作装置および実験例について述べる。

2. STM装置

STM装置の原型は、Youngらによって1972年に発表されている⁴⁾。Youngは、試料表面と先端を鋭く尖らせた金属探針の間の間隔（げき）に対応して $\sim 3\text{ nm}$ 以上離れているときの電界放出領域（Field Emission）、 $\sim 1\text{ nm}$ 以内にあるときのトンネル領域（Tunneling、またはMVM：Metal-Vacuum-Metal）、および $1 \sim 3\text{ nm}$ の中間領域（Transition）の区別を電圧-電流の実測値特性から定義し、圧電素子を用いた試料～探針間の間隔制御および圧電素子を用い

た走査系によって、Topografinerと名づけた装置を構成し、回折格子レプリカのトポグラフを示した。この結果では、分解能 $\sim 100\text{ nm}$ が見えているにすぎず、Binnigらによって原子スケールの像が観察された意義は大きい。

2.1 試料～探針間隔の設定

試料と探針の間隔は、すでに述べたようにトンネル電流を得る領域ではおよそ 1 nm に保たれる。しかし、試料および探針を装着するには数ミリメートル程度離れている必要がある。したがって、数ミリメートルの間隔からトンネル領域まで、試料と探針を衝突させることなく近づけなければならない。接近の手段としては、マイクロメータ・ヘッドのような機械的手段や、圧電素子を用いた移動機構が使用されている。STMでは原子オーダーのドリフトが問題となるため、できるだけ機械的部分を少なくして、しかも小形化することが必要である。筆者らが用いた方法については2.3節で述べる。

2.2 走査、制御用圧電素子—Tripod

走査用（x, y）および制御（サーボ）用（z）の圧電素子を3軸にして組み込んだものをTripodと略称している。また、それぞれの素子の変形によるひずみを押えるために種々の構造が提案されているが、原子オーダーの像を得るような走査、サーボでは3軸を1か所（探針部）で交わせる基本的な構造で問題ない。走査範囲の大きい（低倍率）場合には、むしろ圧電素子のヒステリシスが問題となる。圧電素子のストロークは、走査およびサーボの範囲に合わせて選択する。特に μm オーダーの広走査にはスタック形（積層状）圧電素子を用いる。

2.3 3次元移動機構をもつSTM装置（3D-STIM）

上記2.1節で述べた試料～探針間の接近のための移動機構（z）と試料の観察位置の選択のための移動機構（x, y）を合わせもつ、すなわち、3次元に移動可能なSTM装置を試作した。図1にその構造略図を示す。移動機構は圧電素子を用いた新しい方式の尺とり虫形からなり、1次元の場合の構造略図を図2に示す。同図中、水平に置かれた圧電素子が伸縮運動をして移動する。この圧電素子の両端に接合された端子は下方からばねの力で常時固定されているが、その片方の端子をその下方垂直方向にある圧電素子を伸ばすことによってばね力を相殺してクランプを解放し、前記水平方向の圧電素子を伸ばして再びこの端子をクランプする。もう一方の端子では、クランプ力を解放して圧電素子を縮めてクランプする。この一連の動作で水平方向に置かれた圧電素子は、左右のどちらかに1回の伸縮のストローク分だけ移動する。この動作の繰り返しによって移動するので尺とり虫形と呼ばれる。図1のSTM装置では、この移

* 株式会社 日立製作所 中央研究所

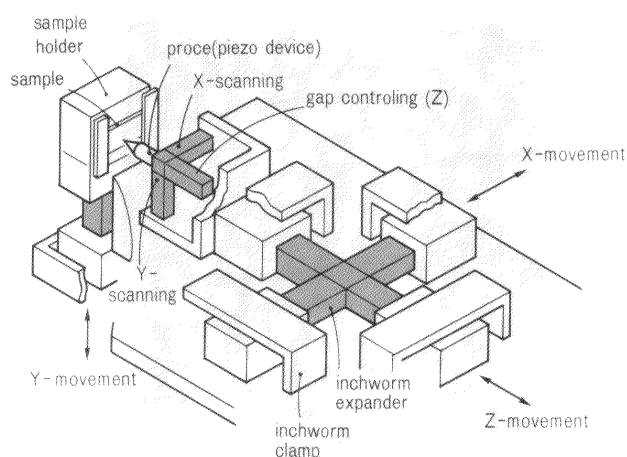


図1 3D-STM装置の構造略図

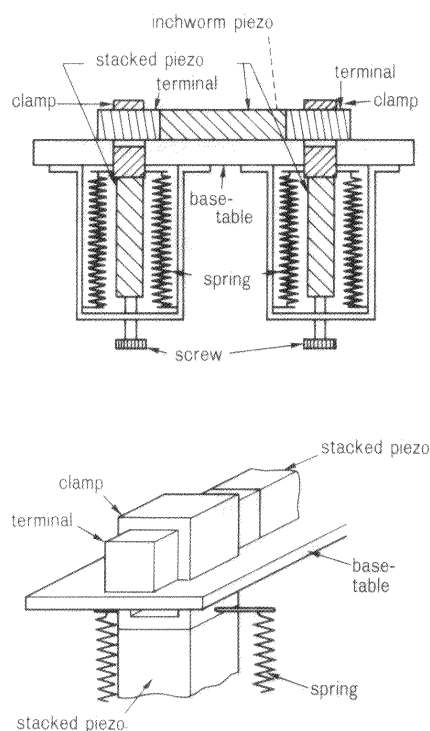


図2 新方式ピエゾ移動機構概念図

動機構をX-Zの2次元に組み合わせ、さらに垂直方向のYの1次元部とを合わせて3次元の移動を行うようにしてある。移動範囲はそれぞれ10mm程度である。

これらの移動機構に、Z方向に関しては、試料～探針間の自動接近制御を、X、Y方向については任意の変位を与える位置制御を、それぞれ組み合わせた結果、探針を試料に衝突させることがないため、STM像取得の再現性および信頼性が高まり、試料の観察したい領域の選択も容易になった。図3に、試作装置のSTMユニット部の外観写真を示す。

その他、STMを構成する要素技術としては、圧電素子の走査、制御回路、トンネル電流を一定に保つサーボ回路、画像記憶部および表示部などからなる制御回路系や、外部振動を抑える除振機構などがあるが、本稿では省略する。

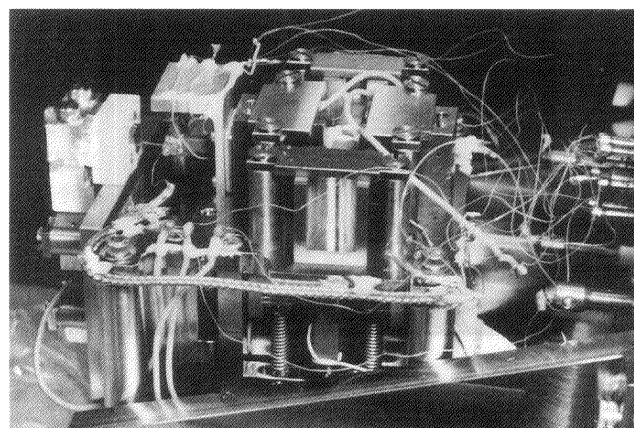


図3 STMユニット外観（構造はほぼ図1に相等する）

3. STM観察例

3.1 原子配列像

グラファイト、ダイカルコゲナイドなどの層状物質は、その劈（へき）開面の原子配列像をSTMで得ることが比較的容易であるため、STM装置の性能チェックによく用いられる。それは劈開面での化学的安定性によって吸着が少ないためと考えられ、空気中でも観察できる。しかし、空気中での観察に際して吸着物が存在しないことはあり得ず、STM信号として周期性以外の高さ情報（Z）に関しては注意する必要がある。

(1) グラファイト

グラファイトの試料としては、熱分解黒鉛でとくに配向性が高いといわれているHOPG、またはキッシュグラファイトが適している。劈開性の良い部分を用いて劈開後、試料台にセットしたあと直ちに排気を行う。グラファイトのSTM像で注意すべき点は、グラファイト結晶のbasal planeでの単位胞の大きさが、およそ 0.25 nm であるのに対して探針（タングステン）先端の構造は、タングステン原子1個としても $\sim 0.3\text{ nm}$ の直径をもっていることである。これはSTM像の結像に当たって正確なグラファイト構造とは異なった像を現す可能性を示している。本稿では詳細について省略するが、例えば、探針先端が2個の原子からなっていると、EM、SEMの場合の非点収差に相当するひずみを受けたSTM像も現れる。

図4は、きわめて分解能が高く得られたグラファイトのSTM像である。グラファイトは本来六角格子であるのに対して、同図では一見三角格子であるように見える。その理由は、表面層原子が下層原子との結合の有無によって、最近接原子どうしが2種に区別され、その電子状態の差が現れていると考えられる。

(2) 二硫化モリブデン（ MoS_2 、モリブデナイト）

MoS_2 試料も劈開面（0001）の観察が容易である。図5は、規則的配列を示す原子配列像（S原子）である。これに対して図6は、欠陥が観察される領域で、点欠陥(a)や吸着物(b)が観察される。図7に示したSTM像では、矢印で示した配列を境界として転位によると思われる左右の配列の乱れが観察される。

このような観察例で分かるように、STMでは原子のスケ

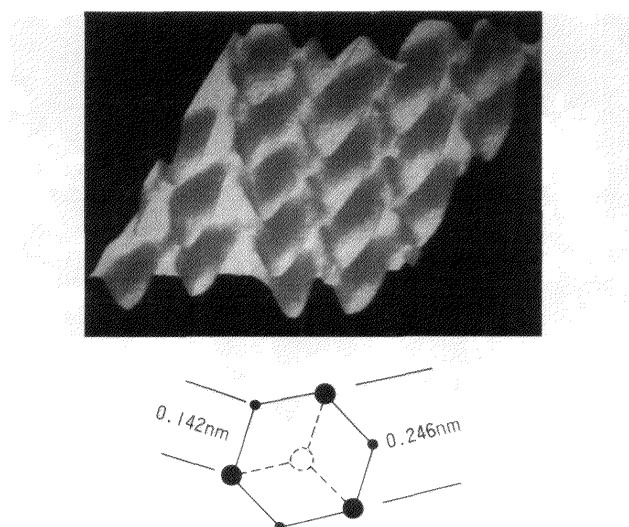


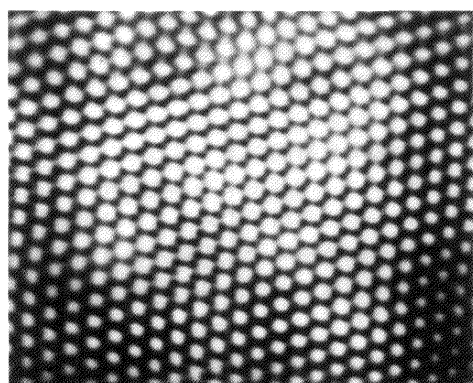
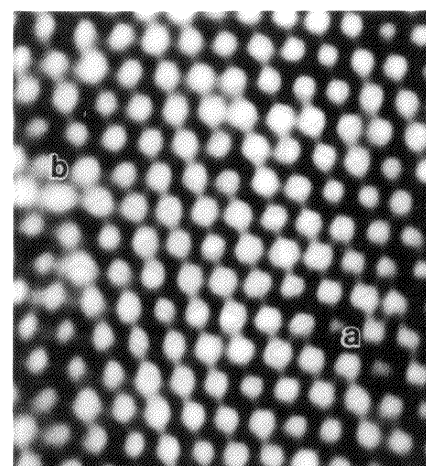
図4 鳥観図表示したグラファイトのSTM像(上)と単位胞

ールで表面形状を知ることができ、しかも、その高さ(深さ)の情報が正確なものであることが最大の特徴である。

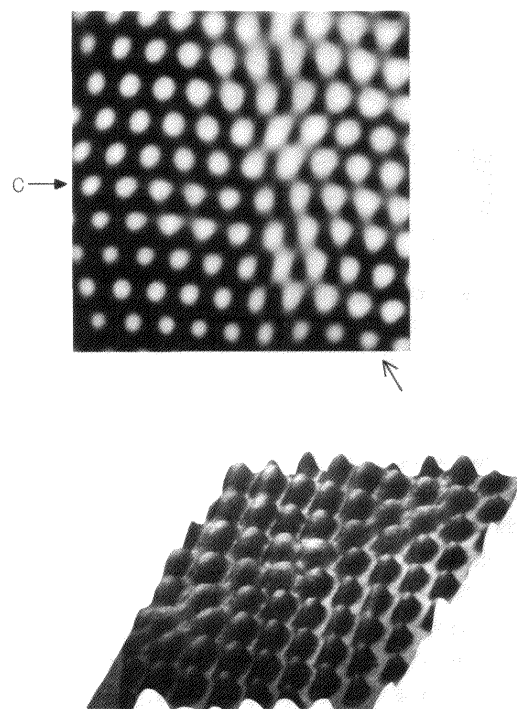
一方、STMの有用性が立証されたのは、上記BinnigとRohrerによってなされたSi (111) の 7×7 再配列構造についてである。そのためSTMの応用としてSiやGaAsなどの半導体の表面観察および表面構造解析に関するものが進んだ。現在の研究では、構造そのものの観察から、ガス吸着あるいは原子層成長などの観察へと進展している。

3.2 広走査領域のSTM像

試料として原子オーダーの表面構造を知るような対象がSTM観察として最も相応しているが、もっと広走査領域、すなわち低倍率のSTM像でも、従来と比較して高い分解能で表面形状を知ることができる場合が多い。しかも凹凸の起伏の精度は、原子配列像ほどは必要がないので、トンネル電流のSN比が悪い空気中の測定で間に合う。図8に光デ

図5 モリブデナイト (MoS_2) のSTM像(上)と表面構造モデル図6 モリブデナイトの欠陥部を示すSTM像
(a)は空孔、(b)は吸着を示す。

イスクの観察例を示す。V形溝の深さ70nm、溝間1.6 μm のものである。この測定例のように(STMとして)低倍率の表面形状測定は、従来装置ではSEM観察に相当するが、SEMと比較して深さ(高さ)方向の分解能および測定精度とその定量性が良いこと、そして空気中でも測定できることが有利な点である。ただし、この場合SEMの高分解能像を得ると同様の問題があり、絶縁物に対して行う導電性のコーティングについて、正確な形状を得るための十分な吟味が必要である。他にも種々の応用例があるが紙数の都合で省略する。

図7 転位による配列の乱れが現れたSTM像
上図矢印の部分で左右の配列がずれている。
下図は上図C方向から見たように表示した鳥観図である。

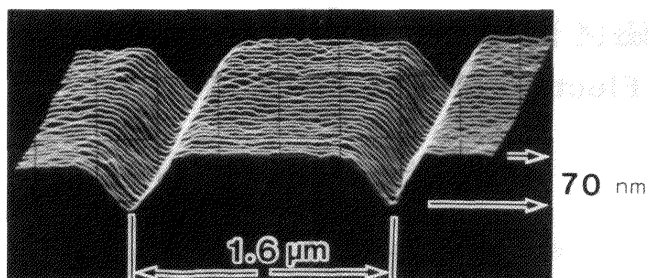


図8 光ディスクのSTM像

4. おわりに

STM装置の概略と観察された画像の例を示した。STMによって解析された試料はまだ数少なく、今後種々の分野での応用が期待される。STM像はトンネル電流のSN比、圧電素子の温度係数などの物理現象的な部分と微弱なトンネル電流信号をSN比よく、応答性よく、かつ安定に増幅制御し

なければならないエレクトロニクスに依存している。またSN比の悪い信号の場合、雑音成分を除去する目的で画像処理を施す場合もあるが、2次元のFFTによる雑音成分の除去など限られた範囲で行う。

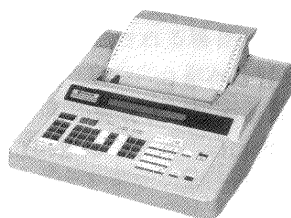
STM像は、トンネル電流-電子を介在した情報であり、像の解釈にあたっては十分な注意が必要である。また、トンネルのバイアス電圧変化に対するトンネル電流スペクトルを、トンネル分光法と称しているが、この電子状態密度を画像化することで、単なるトポグラフだけではなく分析的機能をも合わせもつ装置(STS)となり、有効な応用が期待される。

参考文献

- 1) G. Binnig, et al.: Phys. Rev. Lett. 49 (1982) 57
- 2) G. Binnig, et al.: Phys. Rev. Lett. 50 (1983) 120
- 3) R. J. Hamers, et al.: Phys. Rev. Lett., 56 (1986) 1972
- 4) R. Young, et al.: Rev. Sci. Instr. 43 (1972) 999

Topics

D-2520形日立GPC用 データ処理装置



GPC (Gel Permeation Chromatography) 分析用のデータ処理装置D-2520形を開発しました。この装置は従来の液体クロマトグラフ用やガスクロマトグラフ用のデータ処理装置を母体に、新たにGPC分析用として高分子成分の平均分子量や分子量分布の測定機能を備えたものであります。したがって、このD-2520形は、GPCのデータ処理の外に液体クロマトグラフやガスクロマトグラフのデータ処理もできるのが特長であり、さらにD-2500形データ処理装置のオプション装置も使用することができます。

■ 主な特長

- (1) GPC計算処理と液体クロマトグラフ／ガスクロマトグラフのデータ処理

モードを切り替えて、どちらも計算できます。

- (2) GPC計算を2チャンネルタイプで使用し、2台分の働きをさせることができます(オプションの場合)。
(3) GPCのクロマトグラム上にベースラインを描くことができます。
(4) 内部標準ピークの設定により、リテンションタイムの補正ができます。
(5) 校正曲線の選択ができます。

(a) 標準校正曲線と汎(はん)用校正曲線

(b) 折れ線と最小自乗法による3次式

- (6) GPC計算結果をフロッピーディスクに記憶したり、外部コンピュータへ転送し、データを管理することもできます(オプション使用)。

■ 適用分野

- (1) 高分子(ポリマー)化学関連
石油化学、機能性材料、化粧品、繊維、製薬、塗料、触媒、接着剤、ゴムおよび染料など。
(2) バイオ(タンパク)関連
食品、医薬品など。

第2回TEM試料作製 ワークショップを開催

9月12～14日の3日間、第2回電子

顕微鏡試料作製実技講習会がテクノリサーチで催された。本セミナーは顧客からの強いご要望にこたえて計画されたものです。講習会の内容には単に講義だけに終わらず、参加される方に実際に手を汚して試料を作成していただき、さらに本には書かれていない詳細なノウハウを習得していただくことが最優先に含まれています。第1日目は、試料作製の簡単な説明の後にセラミックス、半導体グループに分かれて試料の切断、接着の実技に移りました。コーヒブレークの後、専門研究者から撮影例の紹介がありました。2日目は治具を使った機械研磨、さらにイオンシニング装置を用いたイオン研磨に進み、途中では、ここでしか聞けない詳細なノウハウ、質問などの懇談がありました。3日目は早くできあがった人から300kV電子顕微鏡を使って撮影を行いました。マンツーマンで実習していただくために、人数は制限されましたが、その反面日ごろなかなか話し合えないメーカーや研究室の分析屋の親睦(ぼく)を図ることができました。お帰りに、撮影したネガを引き伸ばした写真、それに3日間手塩にかけて作った試料片を、何重にも包んで大切にバックに入れられるのが印象的でした。これから各分析室で試料作製のリードとしてご活躍されることでしょう。

(永田文男 記)

スピン偏極走査電子顕微鏡の開発と磁区観察への応用

Development of Spin-Polarized Scanning Electron Microscope and Observation of Magnetic Domains

早川 和延* 小池 和幸* 松山 秀生*

(昭和63年12月19日受理)

1. はじめに

強磁性体内部で磁性を担うd電子やf電子(磁性電子)のスピンは一つの方向に偏極している。強磁性体に電子線を照射したときに発生する二次電子には、このスピンのそろった磁性電子も構成成分に入っていて、試料磁性体の磁化に関する情報を含んでいる。われわれは、強磁性体から放出される二次電子のスピンの状態を、走査電子顕微鏡の画像信号として使いマッピングすることを、1982年の後半から考え始め、研究を進めた。ねらいは、磁性体試料表面層でのスピンの状態の分布・すなわち、磁化・磁区分布を観察する電子顕微鏡を作ることにあつた。原理実験の成功を手掛かりにして^{1),2)}、装置の開発³⁾、応用^{4)~7)}を進めてきた。この顕微鏡を、われわれはスピンSEM (Spin-Polarized Scanning Electron Microscopy) と名付けている。本稿は、スピンSEM法の概要について述べる。

2. 電子のスピンの偏極度

スピンは電子の運動を相対論的に扱うと出てくる量子論的な角運動量である。そのためスピンの方向を確定することはできない。しかし、空間内のx, y, z方向について、スピンに関する実験値(量子力学で言うところの固有値)は求めることができる。たとえば、一つの方向zについて得られる固有値は、 $+\hbar/2$ または $-\hbar/2$ のどちらか一つである。

N_+ + N_- 個の電子から成る電子線について、空間内のz方向に関するスピン角運動量を測定したとき、 N_+ 個の電子それぞれについて固有値 $+\hbar/2$ が得られ、 N_- 個の電子それぞれについて固有値 $-\hbar/2$ が得られたとする。この電子線のz方向のスピンの偏りは、

$$P_z = (N_+ - N_-) / (N_+ + N_-) \dots\dots\dots(1)$$

で定義することができる。 P_z をz方向のスピン偏極度と呼ぶ。x, y方向についても同じ定義ができる。 P_x , P_y , P_z を3成分とする $\mathbf{P}$ をスピン偏極ベクトルと呼ぶ。

3. 強磁性体から放射される二次電子のスピン

強磁性体は磁区 (Magnetic Domain) と呼ばれる小領域の集合から成り立っている。一つの磁区の中では原子の磁気モーメントは平行にそろい、磁化の方向は一つの方向をとる。原子の磁気モーメントの担い手が、磁性をつかさどる3d, 4f電子である。

強磁性試料に一次電子線を照射する(図1)と、3d, 4fなどの電子も二次電子として試料の外に放出される。試料からの放出過程で存在する複雑な相互作用をひとまず無視すると、二次電子は放出源である試料の磁性の担い手としてのスピン状態を保存したまま、試料の外に放出されてく

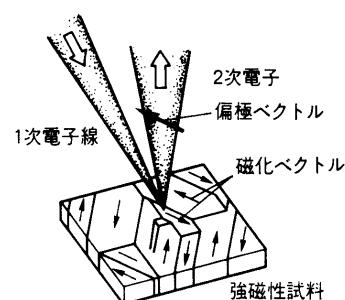


図1 強磁性体試料からの二次電子放射と二次電子のスピン偏極

試料内の磁区に付した矢印は、その磁区の磁化ベクトルを示す。二次電子のスピン偏極ベクトルと磁化ベクトルは反平行である。

る。

試料を形成する磁区の大きさよりも小さい断面を持つ一次電子線を使い、それを試料表面に照射する。放出される二次電子線のスピンの偏極度を次に述べる方法で分析して、得られるスピン偏極度をSEM像形成の際の画像信号として使用すると、スピンSEM像が得られる。

なお、電子は負電荷を持つので、一つの磁区の磁化ベクトルの方向と、その磁区内の磁性電子のスピン方向とは反平行の関係にある。

4. スピン偏極度の測定とスピン分流器

4.1 スピン軌道相互作用によるスピンの分流

電子線のスピン偏極度の測定には、スピン軌道相互作用を使う。この作用は、スピンを持つ電子が原子で散乱される場合の相互作用の一つである。スピンを含む散乱過程は、一般になじみが薄いので、ここではやや詳しく述べることにする。

電子が重い原子の原子核で散乱される場合、散乱される電子が持つスピン角運動量 $\mathbf{s}$ と軌道角運動量 $\mathbf{l}$ の向きによって、散乱方向が変調される効果がある。これがスピン軌道相互作用である。この過程について、電子スピンを考慮した中心力場ポテンシャルの式でこれを表すと⁸⁾

$$V = \hbar^2 / 2m [U(r) + \mathbf{l} \cdot \mathbf{s} (1/r \cdot dU/dr)] \dots\dots(2)^{1)}$$

となる。丸括弧内の U の微分を含む項がスピン軌道相互作用である。この項は $\mathbf{l}$ と $\mathbf{s}$ の相互の向きに依存して、両者のスカラー積の符号が変化して全ポテンシャル V の大きさを変える

*1) $\mathbf{l}$, $\mathbf{s}$ は $\hbar$ を単位とした電子の軌道角運動量、およびスピン角運動量に相当する。 $U(r)$ は原子核と電子間のクーロンポテンシャルエネルギーである。

*2) $\pm 120^\circ$ を選ぶ理由: 100keVの電子線に対してスピン分流効果が最大になる散乱角に相当するため。

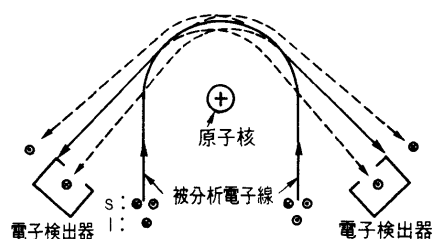


図2 電子のスピンを取り入れた重い原子核による電子の散乱

紙面に垂直な電子の軌道角運動量とスピンの向きによって、散乱方向でスピンが振り分けられる。この散乱過程は散乱面に垂直なスピン成分だけに依存する。

こと、およびその符号には dU/dr も関係している。すなわち、 U は $1/r$ の形を持つので、 dU/dr の符号は U とは異なるためである。これをまとめると、

- (1) l と s が反平行の場合：スカラー積は負なので、スピン軌道相互作用の項は U と同符号になり、全ポテンシャル V の大きさは大きくなる。
- (2) l と s が平行の場合：スカラー積は正なので、スピン軌道相互作用の項は U と逆符号になり、全ポテンシャル V は小さくなる。

スピン軌道相互作用を取り入れると、電子の持つスピンの向きによって、その電子が感じる散乱ポテンシャルの大きさが、このように大きくなったり、小さくなったりしてスピンの分流効果が現れてくる。この模様を図2に定性的に示す。散乱面に対して垂直なスピン成分だけが、スピン軌道相互作用の影響を受けることに留意していただきたい。

まず、紙面に対して垂直で外向きのスピン $\odot$ を持つ電子について見よう。この電子が同図の紙面内で、原子核の左側を通り右方向へ、または右側を通り左方向へ大角度（ $\pm 120^\circ$ ）²⁾で散乱される場合、

左側を通り右方向へ散乱される場合： l ベクトルは紙面に対して垂直で、紙面へ向かい内向きの方向を持つので、 s と l は反平行になり、全ポテンシャルは大きくなる。また、右側を通り左方向へ散乱される場合： l は紙面に対して垂直で、紙面から外向き、 s と l は平行で、全ポテンシャルは小さくなる。

このためスピン軌道相互作用を考えない場合の散乱軌道（図2の実線軌道）に比べて、スピン外向きの電子が原子核の左側を通り右に行く場合は、より大きな散乱角を持つ軌道を取り、一方、右側を通り左に行く場合には小さな散乱角をとることになる。分析対象とする電子線に外向きスピンの電子数が多い場合、左右同一の散乱角位置に2個の等価な電子検出器を置くと、右側の電子検出器のほうにより多くの電子が入射することになる。この左右検出器が感じる散乱強度差がスピン偏極情報を与えることになる。

紙面に対して垂直で内向きのスピン $\otimes$ を持つ電子についても、同様な考察が成り立つ。この場合、散乱軌道は外向きスピンの場合の逆になる。

この散乱過程は、高速電子のMott散乱と呼ばれる。これを利用することで、スピンの偏りを散乱電子数の差に変換することができる⁹⁾。

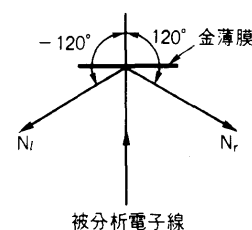


図3 金薄膜を散乱ターゲットに使うスピン偏極度分析装置の基本構成

4.2 Mott検出器

Mott散乱によるスピン分流過程を利用した偏極度測定装置（Mott検出器）の基本構成を図3に示す。重原子で構成される散乱体として、50nm程度の厚さの金薄膜を使用する。金薄膜上の電子の散乱点を中心にして、同一面上で散乱角 $\pm 120^\circ$ 方向に2個の等価な電子検出器を、等位置に置く。金薄膜の厚さが一様で可能な限り薄いこと、2個の電子検出器の特性が均一であること、配置の幾何学的精度などがMott検出器の精度を決める生命である。

100keV程度に加速した被分析電子線を金薄膜に垂直に当てて、左右方向への散乱強度を2個の電子検出器で同時に計測する。同じ測定時間に2個の電子検出器から得られるカウント数を N_L 、 N_R とすると、散乱面に垂直なスピン偏極度 P_i 成分は、

$$P_i = 1/S \cdot (N_L - N_R) / (N_L + N_R) \quad \cdots \cdots (3)$$

となる。 S は被分析電子線のエネルギーや散乱体の種類に依存した定数で、本稿のMott検出器は0.3程度である。

5. 二次電子のスピン偏極度とスピンSEM像のコントラスト

隣合う磁区1と磁区2の磁化ベクトルの方向が反平行の試料（ 180° 磁壁、図4）を例にとり考察する。(3)式の中の $(N_L - N_R) / (N_L + N_R) \equiv A$ は、スピン分析の分野では非対称関数（Asymmetry Function）と呼ぶ。Aの大きさと符号がスピンSEM像のコントラストを決めている。

磁化ベクトルがスピン測定の散乱面と垂直になる条件を選ぶ。磁区1と2から放射される二次電子の非対称関数を、それぞれ A_1 と A_2 とすると、

(1) 磁区1： $N_L^1 < N_R^1$ なので、 $A_1 < 0$

(2) 磁区2： $N_L^2 > N_R^2$ なので、 $A_2 > 0$

が成立する。 A_1 と A_2 をSEM像の画像信号に使用すると、SEM像の明るさは：磁区1は暗い領域、磁区2は明るい領域として示される。スピンSEMでは、この様にして磁区像のコントラストを作り出すのである。

以下に示す観察例では、散乱面に対して図4に示す方向を「スピン検出方向」と名づけ、スピンSEM像（磁区像）に矢印を付けて示すことにする。3章末に述べた関係から、磁化成分の方向はこの矢印と逆の方向になる。

6. 開発したスピンSEM装置

開発したスピンSEM装置の構造を図5に示す。^{3), 10)}この装置では電子銃からの電子線を収束して、試料にあて、試料から放出される二次電子のうち、数電子ボルト以下の成分を引き込みレンズで加速管部に導入して、さらに100keV

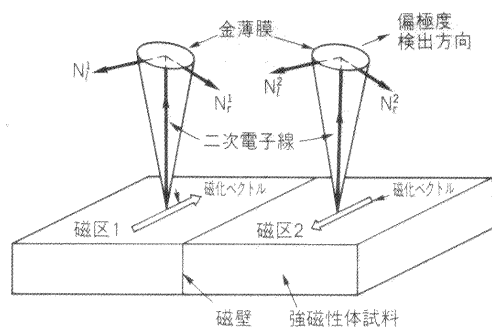


図4 試料の磁化ベクトルの方向と、Mott検出器のスピンの検出方向との相互関係でスピンSEM像のコントラストが決まる

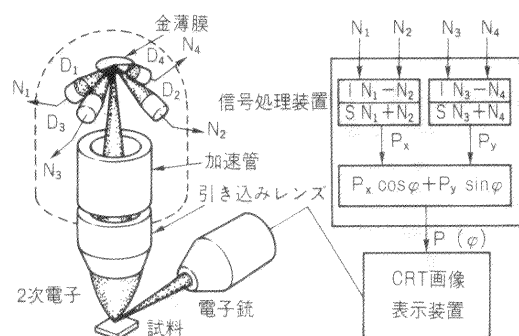


図5 スピンSEM装置の構成および構造

に加速して、金薄膜ターゲットに垂直に衝突させる構造を持つ。

4個の電子検出器それぞれは散乱角 120° 方向で、かつ加速管の円筒軸に関して4回対称となる配置とした。対向する電子検出器の組（例えば D_1 と D_2 ）ごとに、同筒軸を含み D_1 と D_2 が作る平面（一つの散乱面）に垂直なスピン偏極度成分を測定する。図5に示した構造では、加速管の円筒軸に直交する面内で独立な偏極ベクトルの2成分が測定できる。これを用いて、独立な2枚の磁区像が得られる。また、同図に示した変換式を使うと、円筒軸に垂直な平面内の任意方向 ϕ のスピン偏極度が得られ、それでSEM像をつくることもできる。

このスピンSEM装置では高い空間分解能を達成するため、一次電子線源には電界放射形電子銃を採用している¹⁰⁾。これにより、磁区像で200nm以下の分解能を得ている。

7. 吸着ガスの影響と信号放出層の厚さ

試料表面に吸着層があると、そこから放出される二次電子のスピン偏極状態は強く影響を受け、偏極度が減衰する。したがって、スピンSEM装置では試料を置く空間はドライで、かつ 10^{-9} Torr以下の圧力の真空が必要である。また、磁区の観察の前に試料表面のイオンスパッタを行い、吸着層を除去する必要がある。

スピン偏極した二次電子の試料表面層の厚さ1nm程度の磁化情報をサンプリングしていると推定されている¹¹⁾。

このことから、スピンSEM法はほぼ1nm程度の表面層の磁化・磁区分布を観察する手段である。

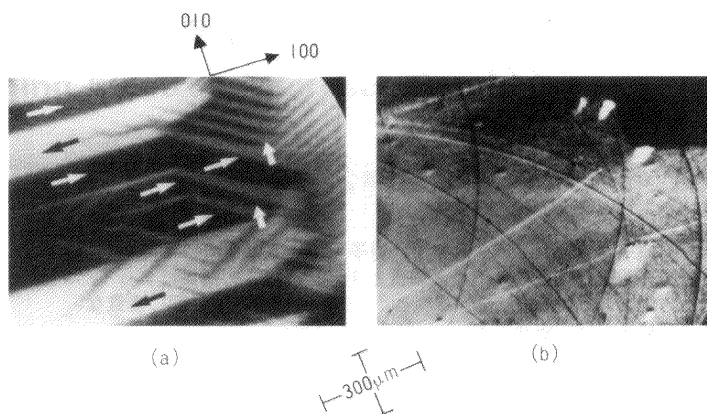


図6 スピンSEMによって得た磁区像(a)と同一場所の試料吸収電流像(b) 鉄単結晶試料を使用、表面は(001)面。Ep=10keV

8. スピンSEM法の特徴、特性

8.1 磁区コントラストと磁化ベクトルの方向

スピンSEMによる鉄単結晶(001)表面の磁区の観察例を図6(a)に示す。この写真は、スピンSEM法の原理実験に成功した1984年初めの時期に得たもので、筆者らにとっては記念碑となるスピンSEM像である²⁾。この磁区の濃淡模様は3階調あり、樹枝状磁区が明瞭に観察され、鉄単結晶の磁区分布の典型例である。

図4で示したスピンSEM像のコントラストの形成機構と、磁化ベクトルの方向の関係から、図6(a)に観察される各磁区の磁化ベクトルの方向（写真内に矢印で示す）は、
(a) 幅広の最も暗い磁区では、スピン検出方向に平行で、 $[100]$ 結晶軸方向、
(b) 最も明るい磁区では、スピン検出方向に反平行で、 $[\bar{1}00]$ 結晶軸方向、
(c) 中間の明るさを示す樹枝状磁区では、磁区境界での磁化ベクトルの法線成分の連続性から、 $[010]$ 結晶軸方向を持つと決定できる。

8.2 試料の回転に伴う磁区コントラストの変化

図4に示したスピン測定系と試料の磁化ベクトルの関係で、スピン測定系は空間的に固定して、試料だけをその表面の法線の周りに回転する場合を考えよう。この試料回転を行うと、スピン測定系の散乱面に対する磁化ベクトルの垂直成分はしだいに減少して、 90° 回転した位置（磁化ベクトルが散乱面に平行の位置に相当）で0になり、 180° 回転すると初めの状態とは逆向きになる。5章のスピンSEM像のコントラスト形成の部分で述べたことから、 90° 回転の位置では磁区のコントラストは消滅し、 180° 回転の位置では磁区コントラストは白黒が入れ替わるはずである。

磁化容易軸がc軸一つである六方晶コバルト単結晶試料を使用して、この変化を確かめた実験結果を6枚構成の組み写真で図7に示す⁴⁾。試料表面は $(1\bar{2}10)$ 面で、表面の法線を偏極度測定装置の円筒軸に一致させて、法線の周りに試料を回転させながら磁区像を観察した。これら6枚の磁区像を記録する間、スピン検出方向は写真aの上側に挿入した矢印方向に固定した。

試料の回転に伴い、写真dで磁区のコントラストが消滅し、さらに回転すると磁区コントラストが逆転していくことが写真c, fの比較から見て取れる。

スピンSEM法ではスピン検出の散乱面に対してスピンの向きが ϕ を持つ場合、磁区像コントラストは $\cos\phi$ で変化することを示している。

8.3 試料表面形状の影響

試料表面に傷や凹凸があると、二次電子の放出量は変動する。二次電子の強度を画像信号に使用する通常のSEM像には、試料表面の幾何学的形状のコントラストが強く現れる。

図6(b)は同図(a)の鉄の磁区像と同一場所のSEM像である。試料表面には、切断の際のきずと思われる形状や凹凸が認められるが、磁区像にはきず・凹凸に対応した場所でコントラストの変化は全く現れていない。これは通常のSEM像とは異なる特徴である。

スピンSEMの画像信号には(3)式の偏極度を使用する。きず、凹凸部から発生する二次電子の強度変動は、対向する一組みの電子検出器に対しては同等に寄与するであろう。(3)式では、分子で2個の検出器信号の差をとり、分母での規格化操作を行っているので、きず・凹凸による二次電子放出の変動分は打ち消され、磁区像にはきずや凹凸の効果が現れないのである。

9. スピンSEMの応用

本章では現在工業的に利用されている磁性材料を評価した結果を示す。

9.1 磁気記録状態の観察

磁気記録した磁気ディスクの一部分の磁区像を図8に示す。磁気記録膜は、厚さ70nmのCo-Niスパッタ膜である。トラック幅は約100 μ m、記録密度は写真(a)の左側部分は23

kFCI^{*3)}、右側部分が30kFCIである。同図(b)と(c)は、(a)の二つの部分をそれぞれ約7倍に拡大したものである。

記録線の境界は理想的にはシャープな直線になることが期待されているが、現実には拡大像に見られるようなジグザグになっている。記録密度を上げると、この傾向はますます強まる。このことが記録密度の向上の障害要因の一つになっている。記録密度を増加させた場合のスピンSEM像の解析から、再生雑音が増加する原因の究明が進められている¹²⁾。

9.2 磁気記録用薄膜ヘッドコア試料

パーマロイ薄膜（ニッケル82%，鉄18%，厚さ1.4 μ m）製の、磁気記録用薄膜磁気ヘッドコアの磁区像を図9に示す。この薄膜は、ガラス基板上にスパッタ法で作製し、フォトリソを使った微細加工法で成型したものである。各写真の枠の外に付けた矢印はスピン検出方向を示す。

写真(a)は、磁区FとHのコントラストが最大になるようにスピン検出方向を選んだ場合である。写真(b)ではスピン検出方向を45°変化させたために、磁区F、Hの部分の濃度差は減少した。このために、写真(a)では一つの磁区として観察されていた部分が複数の磁区から構成されることが、明瞭に識別されるようになる（磁区AとB、CとD、HとIの組み）。写真(c)はスピン検出方向が磁壁S、Tに対してほぼ垂直にした場合である。

スピン検出方向に関する上の実験条件と、磁区コントラストの形成（5章参照）の関係から、各磁区の磁化ベクトルは図9(d)の矢印で示した方向になる⁵⁾。試料は薄膜であるから、ここでは磁化ベクトルは試料面内にあると仮定している。

*3) Kilo flux change per inch

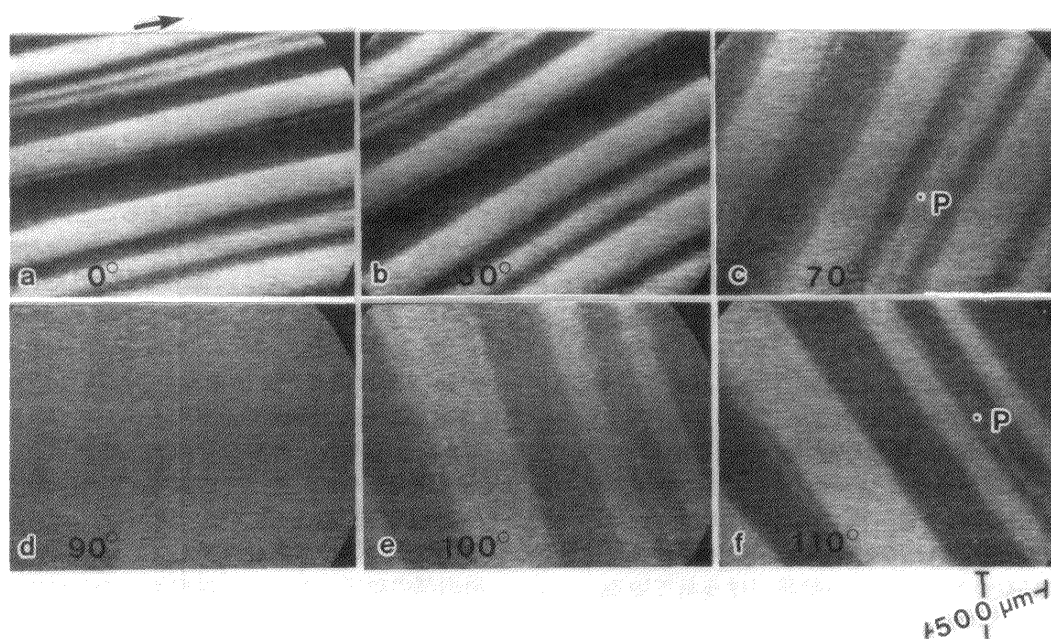


図7 Mott検出器の光学軸に垂直な面内で試料を回転させたときの磁区像のコントラスト変化
一軸性の磁化容易軸を持つコバルト単結晶 (1210) 試料を使用 $E_p=10\text{keV}$

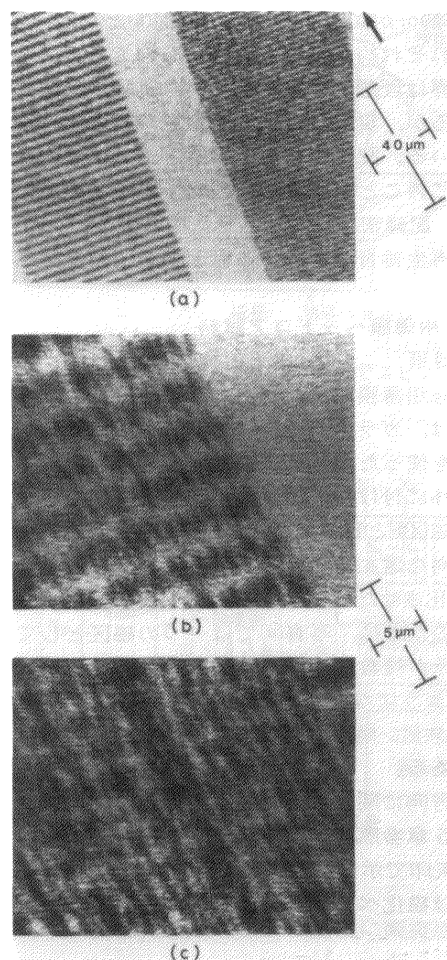


図8 磁気記録した磁気ディスクの一部分をスピニングSEMで観察した結果
ディスク膜はCo-Niスパッタ膜、厚さ：70 nm $E_p = 4 \text{ keV}$

9.3 厚い磁性薄膜の表面層でのネール磁壁構造と磁壁の厚さ

図9(c)の写真で注目すべき点は、磁壁S、Tの部分に白または黒のコントラストが存在していることである。なぜ磁壁Sに白、Tに黒のコントラストがあるのだろうか。これらの磁壁部分から放射される二次電子のスピンの方向が異なっていて、それがMott検出器で検出されているのである。

写真(a)では磁区FとHのコントラストが最も高くなるように、スピン検出方向を選んだことはすでに述べた。(a)の条件では、磁化方向は磁区Hで偏極度測定方向と平行、磁区Fで反平行である。この関係を、写真(c)の180°磁壁S、Tの部分に適用すると、磁化方向はスピン検出方向に対して、Sで反平行、Tで平行と判定される。

磁壁T、磁区H、磁壁S、磁区Fの順番に磁化ベクトルの変化をたどろう。実験結果から明らかのように、スピニングSEMで観察しているこの試料の表面層では、磁壁部分で磁化の回転はネールのようであり、かつ磁壁の幅方向の中心位置では磁化が壁に垂直になっていることが結論づけられている。

CoTaZr (92-5-3at%) アモルファス薄膜 (ガラス板表面にチタンを蒸着した基板上にスパッタ法で作製、厚さ1 μm) についても、180°磁壁の部分の磁化方向は、磁壁に垂

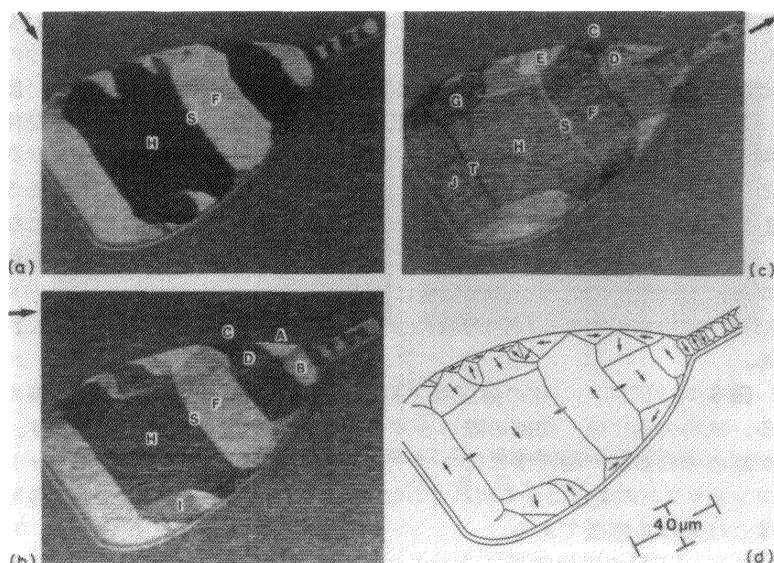


図9 スピン検出方向を変化させたときの試料の磁区・磁壁のコントラスト変化と磁区・磁壁の磁化方向の同定
磁気記録用書き込み・読み出しヘッド用のパーマロイ製磁気コア試料で、厚さ1.4 μm、スパッタ法で作製した。各写真に付けた矢印はスピン検出方向を示す。 $E_p = 6 \text{ keV}$

直と結論づけられる結果が得られている⁵⁾。

1969年、Hubert¹³⁾、¹⁵⁾とLaBonte¹⁴⁾は独立に、磁壁の2次元モデルを提案している。厚い磁性薄膜の場合、磁壁の構造は膜の表面でネール形、内部に入るとブロッホ形に転換するという内容で、通常の1次元ブロッホまたはネール形とは異なるモデルである。

本スピニングSEM法は試料表面層1 nm程度のスピン信号を検出しているが、ここに示した180°磁壁の磁化方向の観察結果は、Hubertなどの予測を裏付けた結果になっている。

また、図9で観察される180°磁壁の厚さは、この磁区像から約1 μmである。この値も、Hubertの予測値0.8 μm (パーマロイ、膜厚1.4 μm) に非常に近い値である。

Hubertらの予測はすでに透過電子顕微鏡を用いて確認されている。透過電顕の場合、試料内の磁束が電子線の軌道に影響を与えるため、顕微鏡像に磁区の模様が現れる。この場合、電子線が通過する膜厚方向に存在する全磁束が積分された形で軌道に影響を与えること、また、厚い磁性膜の場合には電子線が透過しないので観察ができないという制約を考えると、スピニングSEMで得られたこの結果は単なる補足的な結果ではない。今後、この方面の研究が進展することが期待できよう。

9.4 2次元的な表面構造を持つ試料での磁区の同時観察

表面に斜面・側面部と平坦部が共存する試料の場合、ビッター法やカー効果などの光学的観察方法では焦点深度の制約のために、すべての面に現れる磁区を同時に観察することはできない。本スピニングSEMは、SEM法本来の特徴である焦点の深さも併せ保持している。この特徴を生かすと斜面部の磁区をも同時に観察することができる。一例を図10に示す⁷⁾。

試料は図9と同じパーマロイ磁気ヘッドコアで、観察領域は斜面部があるヘッドコアの先端部である。図10の磁区

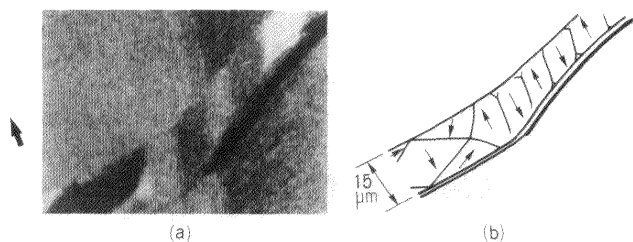


図10 Mott検出器から見て、試料表面に平たん部と傾斜部が共存する
試料についての両部分の同時観察例
試料：パーマロイ薄膜 $E_p = 6 \text{ keV}$

像の左下側がMott検出器から見て平たん部、右上側が傾斜部である。スケッチ(b)に示したように斜面部についても磁区分布の観察が可能なが分かるであろう。

10. まとめ

本稿では、強磁性体の表面に電子線を照射したときその照射点から発生する、

(1) 二次電子のスピン偏極分析

(2) 二次電子のスピン偏極度を走査電子顕微鏡の画像信号に使用した磁区観察法とその応用結果

について述べた。本方法は、単なる磁区観察法にとどまるものではなく、磁化に関する分析機能をも併せ持っている。また、電子スピン分析法という従来学術的な側面だけからとらえられていた分析法を、磁区観察法に応用できることを見いだして、これを工業用材料評価に実用化した点に意義があると考えている。今後、装置・応用面の研究でさらに一層の進展を図る考えである。ご支援くださるようお願いしたい。

参考文献

- 1) K. Koike, and K. Hayakawa : Japan. J. Appl. Phys. 23 (1984) L187.
- 2) K. Koike, and K. Hayakawa : Appl. Phys. Lett. 45 (1984) 585.
- 3) K. Koike, H. Matsuyama, K. Mitsuoka, and K. Hayakawa : Japan. J. Appl. Phys. 25 (1986) L758.
- 4) K. Koike, K. Hayakawa : J. Appl. Phys. 57 (1985) 4244.
- 5) K. Koike, H. Matsuyama, K. Hayakawa, K. Mitsuoka, S. Narishige, Y. Sugita, K. Shiiki, and C. Saka : Appl. Phys. Lett. 49 (1986) 980.
- 6) H. Matsuyama, K. Koike, K. Hayakawa, K. Mitsuoka, S. Sudo, S. Narishige, and Y. Sugita : IEEE Tran. Mag-23 (1987) 2173.
- 7) K. Mitsuoka, S. Sudo, S. Narishige, M. Hanazono, Y. Sugita, K. Koike, H. Matsuyama and K. Hayakawa : IEEE Tran. Mag-23 (1987) 2155.
- 8) N. F. Mott and H. S. W. Massey : "The Theory of Atomic Collision" (Third Edition) p. 263 (Oxford 1965).
- 9) 例えば, J. Kessler : "Polarized Electrons" (Second Edition) (Springer-Verlag, 1985).
- 10) K. Koike, H. Matsuyama and K. Hayakawa : "Scanning Microscopy Supplement 1" p. 241~253, (Scanning Microscopy International, Chicago, 1987)
- 11) D. L. Abraham and H. Hopster : Phys. Rev. Lett. 58 (1987) 1352.
- 12) H. Aoi, R. Tsuchiya, Y. Shiroishi and H. Matsuyama : IEEE Tran. Mag. Mag-24 (1988), 投稿中
- 13) A. Hubert : phys. stat. sol. 32 (1969) 519.
- 14) A. E. LaBonte : J. Appl. Phys. 40 (1969) 2450.
- 15) A. Hubert : Z. angew. Physik 32 (1971) 58.

Topics

D-2540形日立蒸留 ガスクロマトグラフ用 データ処理装置



蒸留ガスクロマトグラフ用データ処理装置D-2540形を開発しました。この装置は従来のガスクロマトグラフ用や液体クロマトグラフ用のデータ処理装

置を母体に、新たにガスクロマトグラフによる石油製品などの測定での沸点分布計算機能を備えたものであります。したがって、このD-2540形は、蒸留ガスクロマトグラフ用のデータ処理の外にガスクロマトグラフや液体クロマトグラフのデータ処理もできます。さらに、D-2500形データ処理のオプション装置も使用することができます。

■ 主な特長

- (1) 蒸留ガスクロマトグラフの沸点分布計算処理とガスクロマトグラフ/液体クロマトグラフのデータ処理モードを切り替えて、どちらも計算できます。
- (2) 校正曲線は最大30ポイント設定できます〔折れ線近似、最小自乗法(2次式、3次式)の選択可能〕。

- (3) 計算法は3種類を選択できます。

- (a) 百分率法
- (b) 内部標準法
- (c) 修正百分率法

- (4) 再計算機能が豊富です。

ベースライン補正区間、計算区間、OFF%, 内部標準物値指定時間、内部標準物値量、試料量、計算法などを変更し再計算が可能です。

- (5) クロマトグラム上にベースライン補正線を描くことができます。

■ 用途

ガスクロマトグラフによる石油製品などの測定で、それらの沸点分布を計算し、クロマトグラム、蒸留曲線とともにレポート作成を行います。

解 説

S-4000形日立電界放射形走査電子顕微鏡

HITACHI Model S-4000 Field Emission Scanning Electron Microscope

山田 理* 清水 実* 影山甲子男* 西岡 徹弥* 高橋 要*
 森 弘義** 有馬純太郎** 村田 大之** 山田 満彦*** 後藤真知夫***

(昭和63年12月19日受理)

1. はじめに

静止画像表示方式の電界放射形走査電子顕微鏡(Field Emission Scanning Electron Microscope: FE-SEM) S-4000形を開発、製品化した。

FE-SEMは、1972年のHFS-2形以来、着実に性能および安定性の改良が進められ、今日では高分解能SEMの代表的存在となっている。S-4000形は、さらに分解能の向上を行うとともに、画像の表示方法を革新し、従来高分解能観察のためにどうしても必要であった暗室または半暗室からSEMを解放したものである。以下、本装置の概要と特長について述べる。

2. 装置の概要

図1にS-4000形の外観を示す。

電子銃および電子光学系は、安定した実績を持つS-800形を基本としており、対物レンズ部の改良によって最高分解能を1.5nmに向上させるとともに、試料室をひとまわり大形化してユーティリティ向上を図った。

画像表示部にはフレームメモリを組み込み、静止画像表示方式をとっている。従来のSEMは、試料上での電子ビームの走査速度と画像を表示するCRTの走査速度とが同一であり、高分解能条件での観察に必要な遅い走査速度(スロースキャン)では、画像の表示速度も遅いため、長残光性CRTの残像に頼って観察しており、表示画像上で試料像の全体を把握することが困難であるとともに、周囲を暗くする必要があった。S-4000形では、試料上での電子ビームの

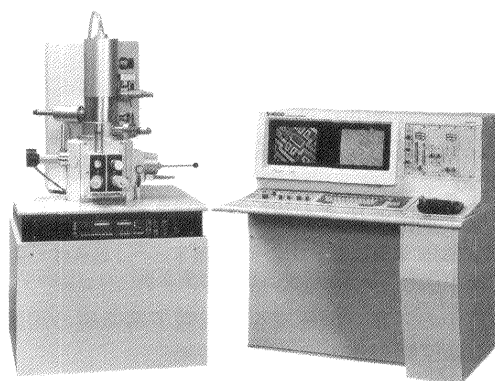


図1 S-4000形日立電界放射形走査電子顕微鏡

走査速度にかかわらず、画像表示CRTの走査速度をテレビジョン速度とし、形成された画像が消えずに静止像として表示される方式とし、上記の問題を解決している。また、モノクローム画像のほか、カラー画像も表示可能であり、SEMの新しいアプリケーションも期待できる。

2.1 画像表示方式

図2、本装置の画像信号処理部分のブロック図を示す。電子ビームの走査により試料から発生した像信号は、ディジタル変換されてフレームメモリに書き込まれる。フレームメモリから読み出された信号は、アナログ信号に変換されてテレビモニターに表示される。このフレームメモリは、

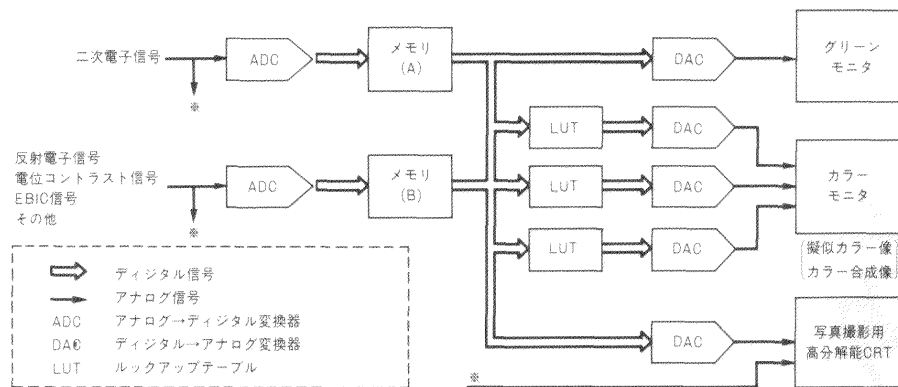


図2 S-4000形日立FE-SEMの画像表示方式

* 株式会社 日立製作所 那珂工場 科学機器設計部

** 株式会社 日立製作所 那珂工場 ソフト設計部

*** 日立計測エンジニアリング株式会社 テクノリサーチセンタ

常時テレビジョン速度で読み出し表示を行いながら、これとは異なる任意の速度で書き込むことができる。また、続けて書き込まれるフレーム間の信号の平均化処理も可能である。

これにより、

- (1) 試料上での電子ビームの走査速度を、テレビジョン周波数から数十秒まで切り換えても、常にテレビジョン周波数の静止画像として観察できる。
- (2) 電子ビームの走査速度が速い場合には、フレーム間平均化処理により、ノイズを低減できる。

図3は、スロースキャンの場合の本装置の方式と従来の長残光CRTを用いた方式との像の見え方を比較したものである。同図(a)は、一般的に使われているP7タイプの蛍光体を用いたCRTによる場合で、走査線が白色で発光し、これにより励起された黄色光が残像として残り、徐々に減衰していく。この残像は輝度が低いので周囲を暗くしないと見にくいし、走査速度が10秒以上になると画像の一部しか観察できない。

図3(b)は、本装置の静止画像方式の場合で、いったん走査された部分の画像は、次に同じ場所が走査されるまで消えないで表示されている。いわば残像時間が無限に長いものと同じであり、輝度も十分に高いので周囲を暗くする必要もない。本方式の採用によって、

- (1) 従来、写真を撮影してみないと把握できなかった高分解能条件でも、画像の全体を観察画面上で把握できるので、

測定能率が向上する。

- (2) 周囲を暗くする必要がなく、操作性が向上するとともに、疲労も低減する。

従来、試料上での電子ビームの走査速度自身を速くして、静止画像として表示するモード（TVスキャンモード）は使用されているが、この場合には、ノイズを減らすためにプローブ電流を多くする必要があり、低倍率でしか実用的でなかった。本装置では、同じ効果を10万倍以上の最高倍率領域まで得られるようになった。

2.2 カラー画像表示

図2に示したもう1面のフレームメモリ（B面）を組み込むことによって、カラー画像の表示が可能である。このフレームメモリは3系統のルックアップテーブル（LUT、入出力の関係を自由に変換できるテーブル）と出力用D-Aコンバータを持ち、それぞれカラーモニタのR、G、B信号入力に接続される。色付けは、下記の2つの方法が可能である。

- (1) 信号の大きさ（モノクローム画像での明るさ）により色を割り当てる（疑似カラー）。
- (2) A、B2面のフレームメモリの信号を、それぞれ別の色に割り当てる（カラー合成）。

疑似カラーモードは、従来明暗のコントラストで表現されていた情報を、色の違いに置き換えることで、より特徴を強調することができる。図4は、疑似カラー画像の一例である。

カラー合成モードでは、試料から発生するそれぞれ異なった情報を持つ信号による像を別の色で重ねることによって、試料の形状と同時に、その特徴的な部分などを明確に表現したデータを作ることができる。例えば、表面形状を主として反映する二次電子像を1つの色で表示し、これに原子番号によるコントラストを持つ反射電子像、元素の種類を示すX線像、内部のPN接合を示すEBIC（Electron Beam Induced Current, 内部起電力）像などを別の色で重ねる。図5はコロイド金をマーカとして反応させたブドウ球菌の、二次電子像と反射電子像とのカラー合成像である。ブドウ球菌上のコロイド金の所在を容易に確認できる。図6もカラー合成の応用例で、TTL-ICのEBIC像を、二次電子による表面形状像に重ねたものである。こうしたカラー合成の手法は、オフラインでは以前から行われているが、本装置では、これをリアルタイムで画像モニタ上で観察できる。

2.3 性能と主な仕様

図7(a)、(b)に、加速電圧30kVと1kVでの分解能データを示す。また、対物レンズ形状の改良により、試料を傾斜させたときのワーキングディスタンスの制限を、従来装置（S-800形）に比べて低減し、実用条件での分解能の劣下を低減している。

機能的には、5～10万倍程度まで使える自動非点収差補正機能の組み込みなど、操作の自動化を充実させるとともに、加速電圧などの条件設定を、画像モニタに表示される入力指示画面によって行う対話方式とするなど、操作の簡易化を図っている。

表1に、S-4000形の主な仕様を示す。

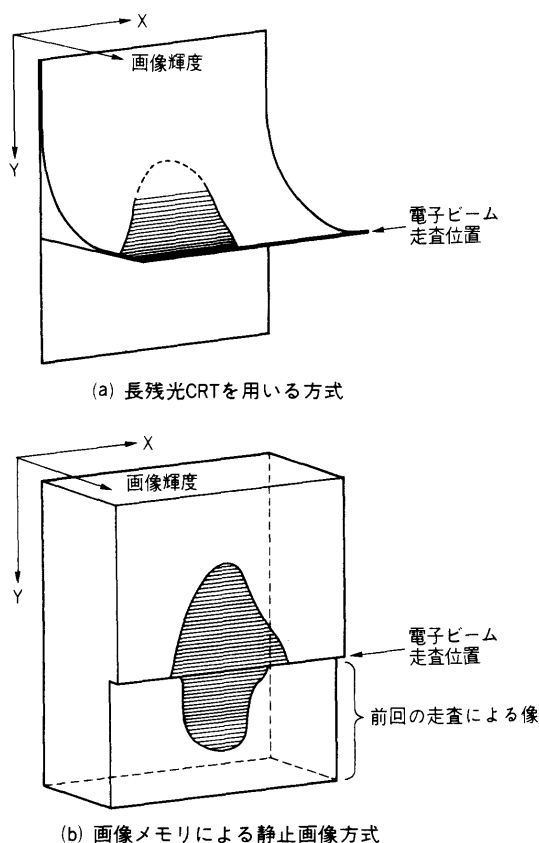


図3 画像の見え方の比較

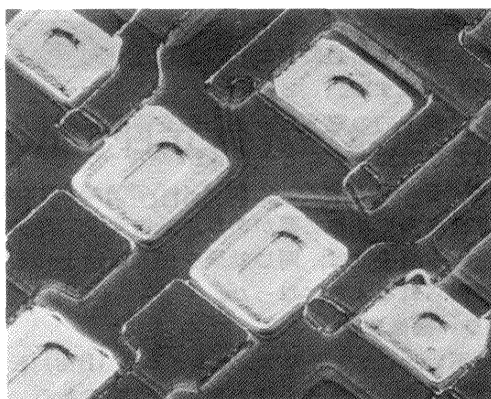


図4 擬似カラー画像の例

試料：256k DRAM

酸化膜（緑色）上のポリシリコン（赤色）のコントラスト
差を色の違いで表現した例

図5 カラー合成画像の例(1)

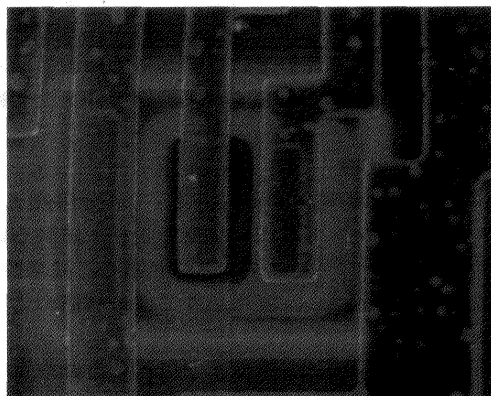
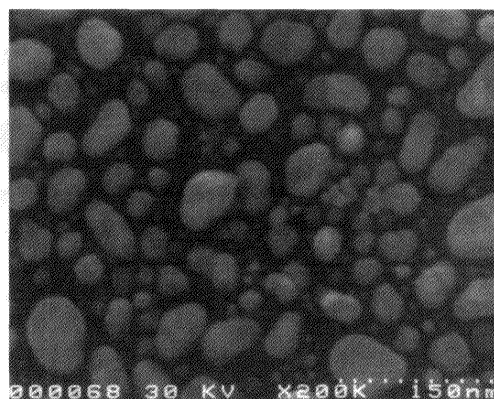
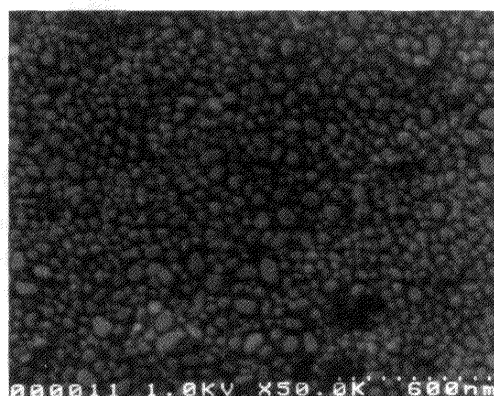
試料：コロイド金を反応させたブドウ球菌（京都府立医科大学
森岡宏行先生）ブドウ球菌（緑色）の表面に抗原抗体反応により付着した
コロイド金（黄色）の所在が容易に確認できる。

図6 カラー合成画像の例(2)

試料：TTL-IC

二次電子による表面形状像（緑色）に、二次電子像では
全く見ることのできない内部のPN接合の部分（青色）で検出し、重ねて表示している。

(a) 加速電圧30kV



(b) 加速電圧1kV

試料：カーボン上の金蒸着粒子

図7 分解能データ

表1 S-4000形の主な仕様

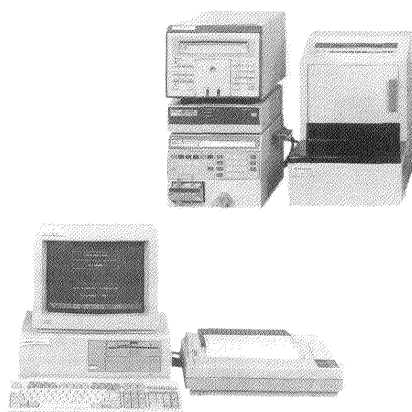
項 目	主 な 仕 様
分 解 能	1.5nm (30kV)
倍 率	×20～×300,000
加 速 電 圧	0.5～30kV
画 像 表 示	12"モノクロームTVモニタ (12"カラーモニタ オプション)
電子ビーム走査速度	テレビジョン速度 スロースキャン (0.25～20s/フレーム)
画 像 表 示 速 度	テレビジョン速度 (静止画像)
内 蔵 画 像 メ モ リ	512×512画素 256階調 1面 同上カラー用 1面 (オプション)
表 示 モ ー ド	画像、線分析、点分析、平均濃度分析ほか
写 真 撮 影	直接撮影 (2,000ライン/フレーム)、およびメモリ撮影
自 動 機 能	フォーカス、スティグマ、コントラストほか
試 料 ス テ ー ジ	X, Y: 25mm, Z: 25mm T: -5～45°, R: 360°
試 料 交 換 サ イ ズ	3" (径) × 1" (厚)
真 空 排 気 系	全自動排気

3. おわりに

暗室設置の望めないクリーンルームや工場サイトはもとより、研究室でも、より迅速かつ容易に高分解能観察のできる静止画像表示方式を備えたS-4000形FE-SEMは、高度化する諸分野での研究に活用されることが期待される。

Topics

D-6000形日立HPLC マネージャ マルチタスクバージョン



先に発表をしたHPLCマネージャの機能を拡充したD-6000形HPLCマネージャ・マルチタスクバージョンが完成しました。

この装置はHPLCの各ユニットをPCでコントロールし、高度な自動化HPLCシステムの構築ができます。インタフェースモジュールは、256kバイトのバッファメモリを内蔵し、データ収集周期800msでは約9.5時間の2チャンネルデータが保存できます。またデータ収集中でも、データ再処理やレポート作成などにも利用できるほか、データ処理機能もレベルアップされており、次のような機能を持っています。

- (1) マルチタスク機能で、分析中でもPCを有効に利用できます。
- (2) ブランクデータによるベースライン補正ができます。
- (3) 2チャンネルクロマトグラムとの差・和・比計算およびそのデータ処理ができます。
- (4) ブラケットモードでの検量線および濃度計算ができます。
- (5) マルチクロマト表示機能により、クロマトグラム比較が容易にできます。
- (6) 最大50分析ファイルのリンク機能は、クロマト分離条件の探索に役立ちます。

第5回イオンクロマト グラフィック・フォーラム 開催さる

第5回の上記フォーラムが紅葉の美しい信濃路の浅間で開催された。出席者59人による一晩泊りの会であったため、充実した討論ができた。

種々の発表の中でも、オルガノ(株)の坂本先生の特別講演と、それに続くパネル討論は、今回のハイライトであった。武藤義一先生の明解な司会で種々の問題点が浮き彫りにされ、また、次に取り組むべき指針が明確にされた。例えば、現在までに到着した陰イオン(Cl^- , SO_4^{2-} , PO_4^{3-} , NO_3^- 等)のイオンクロマトグラフによる検出限界はほぼ $0.5\mu\text{g/l}$ であるが、超純水を取り扱う上では $0.1\mu\text{g/l}$ の要求がでている。このため測定装置側では前濃縮が必要で、更に分析設備・器具の見直しが求められ、日常分析としてのイオンクロマトグラフィックが公定法として認められなければならない点などが浮き彫りにされた。

本研究会の活動もあって、幸い日本でも本年度にはISO、ASTMに続いてJIS化される動きがあり、公定法化のための標準物質の確定のための小委員会もでき、既に進行中である。

(保田和雄 記)

第22回 全日本科学機器展 開催さる



第22回全日本機器展が11月7日から5日にわたって、東京・晴海国際見本市会場で開催された。入場者数は過去最高の6万4,000人を記録したが、近年、本展示会が世界4大科学機器展の一つ

に数えられるまでに発展したこともあり、外国人見学者が目立つようになった。また、イギリストレードセンタをはじめ、海外からの出展もあり、国際化が強く印象づけられた。

日立は、自動非点補正機能を持ったS-2100A形走査電子顕微鏡、インテリジェント化されたASシリーズオートサンブラ、パソコンによるシステム化を特長としたIシリーズ赤外分光光度計など数多くの新製品を展示した。

(神道千秋 記)

東京、大阪 日立電顕セミナーを 開催



今回のセミナーは、「免疫電子顕微鏡法の進歩—特に凍結超薄切片法を中心として」というテーマで、この分野では世界の第一人者である米国カリフォルニア大学の徳安教授をはじめ、西独ザールランド大学のノイマン博士、関西医科大学の田代教授、北里大学の山本教授など、著名な先生をお招きして、大阪(11月11日・関西医科大学)と東京(11月15日・日立科学センター)で開催致しました。

講演及び実演のテーマは、現在バイオロジー分野で脚光を浴びている先端技術の免疫電子顕微鏡法に関するもので、両会場合わせて参加者は150人に及び、充実した講演会となりました。

装置の実演では、H-7000形Bio-TEMのほか、クライオ超ミクロトーム、急速凍結装置、クライオトランスファー装置、凍結置換装置などの試料前処理装置類も含めた実践的な手法が具体的に紹介され、好評でした。

(根本正宜 記)

S-7000形日立高精度EB外観寸法評価装置

HITACHI Model S-7000 Inspection System for Pattern Topography and Line Width Measurement of Wafer Pattern

大高 正* 古屋 寿弘* 森 弘義** 大塚 忍* 肥高 洋***

(昭和63年11月29日受理)

1. はじめに

電界放射電子ビーム (Field Emission Electron Beam : FEB) を用いて半導体プロセス評価 (外観形状検査, パターンの寸法測定) が可能なS-7000形を製品化した。

従来, 半導体製造工程でのプロセス評価は, 光技術を用いたいわゆる光学顕微鏡で実施されてきたが, 半導体素子の高集積化, 高性能化に伴い, 今やサブミクロンプロセスの時代となり, 光技術では十分な評価ができなくなっている。こうした背景から, 電子ビームを用いた走査電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope : SEM) の観察技術を利用したプロセス評価装置が不可欠となってきた。プロセス評価の対象としては, プロセスの製造工程での品質管理として下記の二つに大別される。

- (1) 合わせ精度, 寸法精度などの加工パターンの寸法管理
- (2) 欠陥や塵埃 (じんあい), 汚染, レジスト, 残渣 (さ) などパターンの形状の外観検査

本装置はこうした要求にこたえるために, 高精度のパターン寸法管理, 高分解能で任意の方向からパターンの形状評価が容易な操作で, しかも迅速に実施できるようにすることを目的とした。以下に本装置の概要と特長について述べる。

2. 装置の概要

図1にS-7000形の外観を, また, 図2にS-7000形の構成概略図を示す。原理的にはSEMと同様であるが, 高分解能でパターン形状観察を可能にすることとともに, 高精度のパターンの寸法計測も可能にするために, 試料の高さ変化, 加速電圧の変化など各種の変化要因に対して倍率補正を実施し, 1%以内の倍率精度が得られるように制御している。表1に, 電子ビームによるプロセス評価と装置の対応について, その主要留意点を示す。

2.1 FEB電子銃による低加速高分解能化

表2に各種電子源の比較を示す。帯電を防止して観察するために1,000V付近の低加速電圧で使用するが, 一般に加速電圧を低くすると像分解能が低下する。従来から一般的に用いられてきた六ホウ化ランタン (LaB₆) やタングステンフィラメントを陰極にした熱電子では放出電子のエネルギー幅 (ΔV) が1~2 eVと大きく, 低加速電圧での収束電子ビームのスポット径を小さくするための阻害要因となっている。FEBでは, ΔV が0.2 eVと小さく, エネルギーの

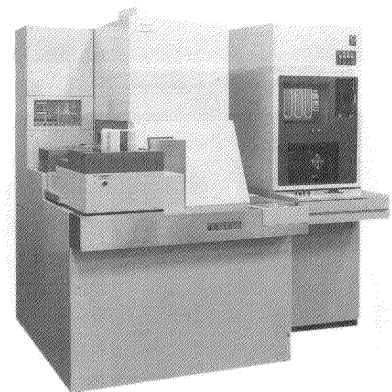


図1 S-7000形日立高精度EB外観寸法評価装置

そろった電子ビームが得られ高分解能像が得られる。また, 電子線の明るさは熱電形の100~1,000倍と桁 (けた) 違いの値であり, TVスキャンのように高速スキャンでもSN比の良い高分解能像が得られ, CRT上の静止画像によりす

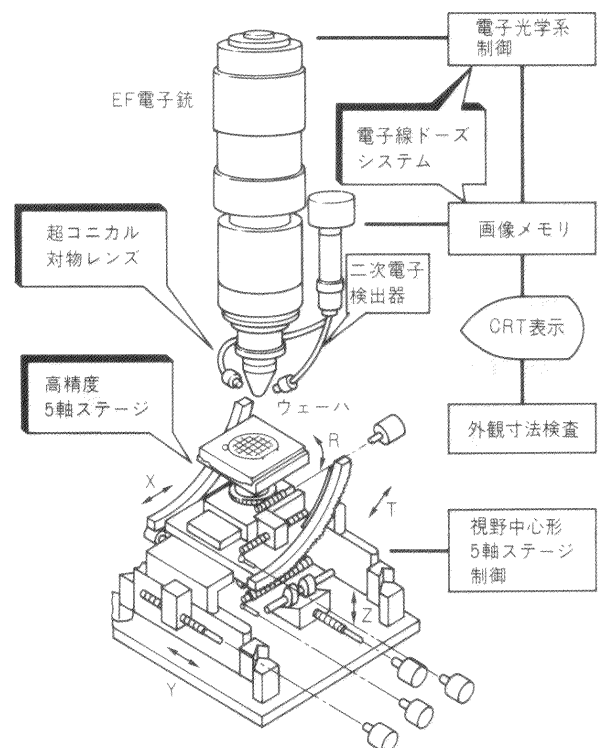


図2 S-7000形の構成概略図

* 株式会社 日立製作所 那珂工場 科学機器設計部
 ** 株式会社 日立製作所 那珂工場 ソフト設計部
 *** 日立計測エンジニアリング株式会社 テクノリサーチセンター

表1 電子ビームによるプロセス評価と装置の対応

分類	目的	電子ビーム評価での主要留意点	装置の対応
形状観察	パターンの良否判定	1. 低加速電圧での高分解能	微小プローブ径 (Cold FE)
		2. 帯電低減	低加速電圧電子ビーム (FE) ドーズ時間の低減 (ミニマムドーズ)
		3. 静止画像表示	SN比向上 (画像メモリ)
		4. 高角度試料傾斜	高精度試料ステージ
		5. 低コンタミネーション	ドライ真空排気系 低発塵
測長	寸法管理	1. 高精度化	微小プローブ径 (高分解能) トータル最適化システム (電子光学系、測長アルゴリズムステージ系)
		2. 帯電低減	画像メモリからの読み出しデータによる測定
		3. 測定エッジ位置の検証	画像、測長位置、ラインプロファイルの同時表示
		4. 高速測長	オートフォーカス、自動測長

表2 各電子源の比較 FE (電界放射) 電子源は、輝度、電子源径、エネルギー幅の点で優れており、また長寿命で、SEMの電子源に最適である。

項目	電子源	FE形 (電界放射形)	熱電子 (LaBe)	熱電子 (タングステン)
輝度 ($A/cm^2 \cdot sr$)		10^9	10^7	10^6
電子源径 (nm)		< 10	10^4	$> 10^4$
電子のエネルギー幅 (eV)		0.2	1 ~ 2	1 ~ 2
寿命 (h)		$> 1,000$	1,000	40
真空度 (P^a)		10^{-7}	10^{-5}	10^{-3}

ばやく観察および測長ができるほか、明るいクリーンルーム内での観察が可能となり (暗室不要)、観察時の疲労も軽減されるという特徴を持っている。FEB使用の装置では、加速電圧 1 kV で 10 ~ 15 nm という高分解能が静止画像上で得られる。

2.2 ミニマムドーズシステムと試料保護

EB検査・測長装置では、測定しようとする試料に電子線

を照射するので、デバイスにダメージを与えることにはならぬ。この電子線ダメージを低減させるためにミニマムドーズシステムを採用している。

図3にこのシステムの構成図を示す。これは、低加速電圧化と電子線の照射量 (ドーズ量 = 照射電流 (A) × 時間 (秒)) を最小にすることであり、ステージ移動後の測定すべき視野の選択および画像メモリへの像信号の取り込みまで必要最小限の電子線を照射し、測長および次のチップへのステージ移動時には、ビームブランキングによって電子線の試料への照射を中断する方式である。

2.3 5軸ステージのCPU制御

試料ステージは、図2に示すようにX、Yの水平面移動 (150 mm)、Z移動 (上下動 10 mm)、試料の傾斜 ($0^\circ \sim 60^\circ$)、回転 ($\pm 180^\circ$) の5軸駆動で、ウェーハ上の任意の場所のパターンを任意の角度から観察できるように構成されている。これら5軸はすべてコンピュータ制御による電動機駆動方式であり、X、Yの位置決め精度は $\pm 5 \mu m$ と高精度な視野選択が可能である。また、試料を傾斜して任意の方向から観察しようとする、試料の回転が必要であるが、この回転によって視野は逃げてしまう (図4)。そこで回転角 θ を検出して、回転角に対応したステージのX、Y座標を算出して移動させてその位置を保つように制御している。このような制御によって視野を失うことなく、任意の角度でウェーハ上のパターンを観察できるようになり操作性が大幅に向上した。

2.4 発塵防止とドライバキューム化

デバイスの微細加工技術の進歩とともに、問題とされる付着異物の粒子径も小さくなり、一般にはパターン寸法の $\frac{1}{10} \sim \frac{1}{100}$ といわれている。装置からの発塵防止を図るためには、ウェーハ搬送機構やステージ移動機構などの機構系に対して、いわゆる摺 (しゅう) 動部のないフリクションフリーの低発塵機構 (転がり機構など) や真空中への搬送、搬出をするために、排気/リークといったサイクルが繰り返されると、特にリークの際にスローリークし、次に少し圧力を高めてリーク時間を短縮する2段階リーク方式を

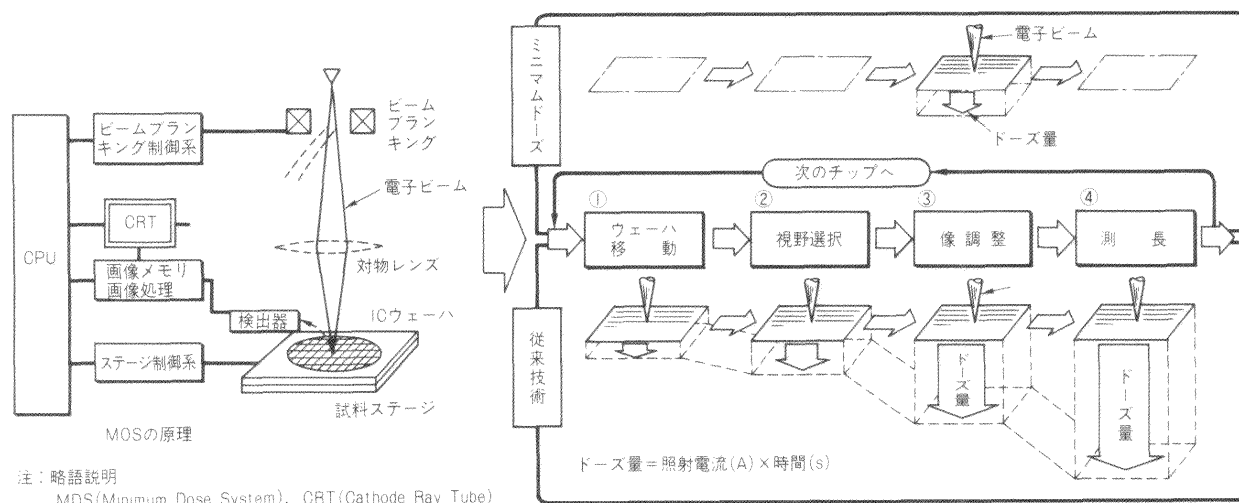


図3 ミニマムドーズシステム構成図

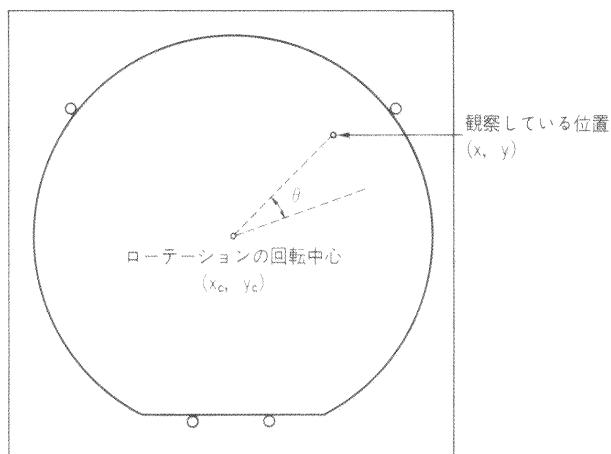


図4 ステージローテーション時の座標変換

$$\begin{pmatrix} X \\ Y \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos \theta & -\sin \theta \\ \sin \theta & \cos \theta \end{pmatrix} \begin{pmatrix} x - x_c \\ y - y_c \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} x_c \\ y_c \end{pmatrix}$$

採用するなど異物の発生を抑えている。また、真空排気系には、ハイドロカーボン分子の少ないドライ排気システムとし、電子光学系の排気にはイオンポンプ、試料室や予備排気を必要とするローダ室には、ターボ分子ポンプを用いクリーン化を図っている。

こうしたクリーン化を図ることによって、 $0.3\mu\text{m}$ 以上の粒径に対し1ウェーハ当たり10個以下の異物付着に抑えることができる。

図5にドライ排気システムと2段リーク方式の構成図を示す。

2.5 二次電子検出器

二次電子検出器はコニカルレンズの外側に2個配置して、パターンの測長を実施するときには両方の検出器を用いて、ラインプロファイル信号の対称性を確保している。形状観察等、いわゆる外観検査の場合には2個の検出器のうち

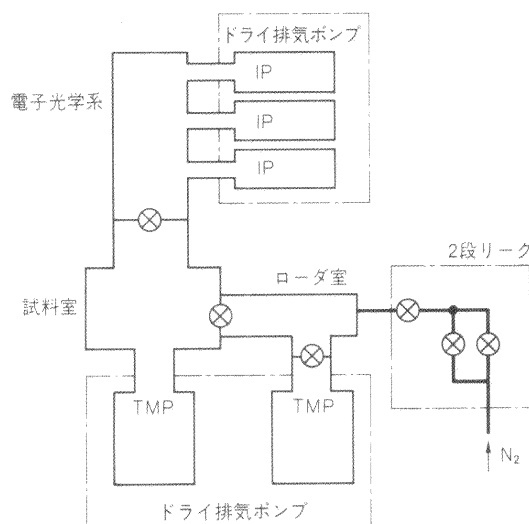


図5 ドライ排気システムと2段リーク方式の構成

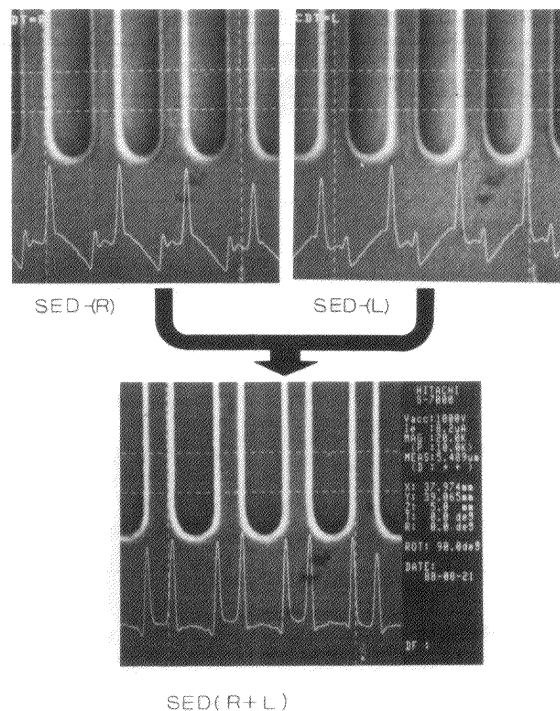


図6 二次電子検出器による信号波形の相違

いずれか1個を切り換えて使用できるようにし、凹凸情報を取りやすくしている。こうした構成によって、観察と高精度測長のための二次電子検出を、双方共に満足するように構成されている。図6に2個の二次電子検出器のそれぞれのレジストパターンから検出される信号と、双方を用いたときの信号を示す。

2.6 オートフォーカス/オートスティグマ

オートフォーカス (AFC)、オートスティグマ (ASC) は、それぞれ自動的に観察画像の焦点合わせ、非点補正を行うものであり、操作を容易にするために役立つ。AFC/ASCの制御は、一定周期ごとにサンプリングされるビデオ信号が最大となるように、対物レンズ電流、非点補正電流を制御している。

AFCは5万倍以上の倍率まで実パターンで制御が可能である。ASCは、試料に細かい凹凸が分散していないと非点の発生方向が検知できないので、試料台上に専用試料を設け、これで自動的な補正を実行するように構成している。

3. 像観察および測長例

電子ビームによる半導体デバイスの外観検査や測長では、デバイスを構成する材料がレジスト材料、酸化シリコン、窒化シリコンなどの絶縁体であり、またポリシリコン、タングステンシリサイド、アルミニウムなどの導電性材料とが混在したものであり、評価目的と対象によって観察条件も異なってくる。条件設定の主なものは、

- (1) 加速電圧の決定
 - (2) 電子ビーム照射量の選択
 - (3) 試料の傾斜角の選択
- などである。

構成材料の種類による観察条件の差異のほかに、パター

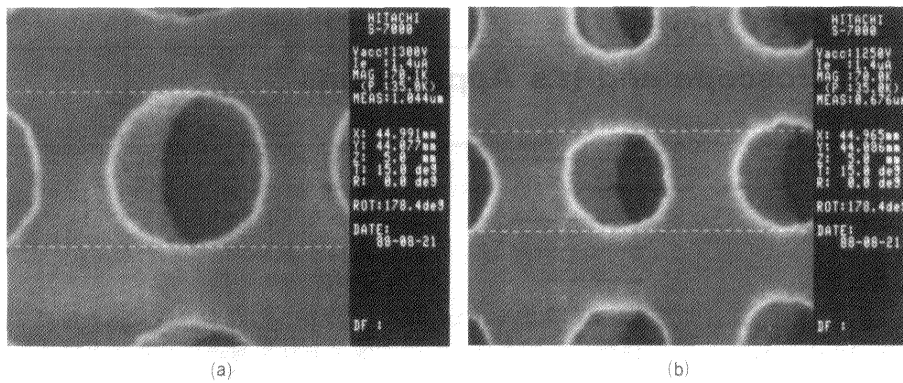


図7 ホールパターンを観察例（ホール径0.676μm）

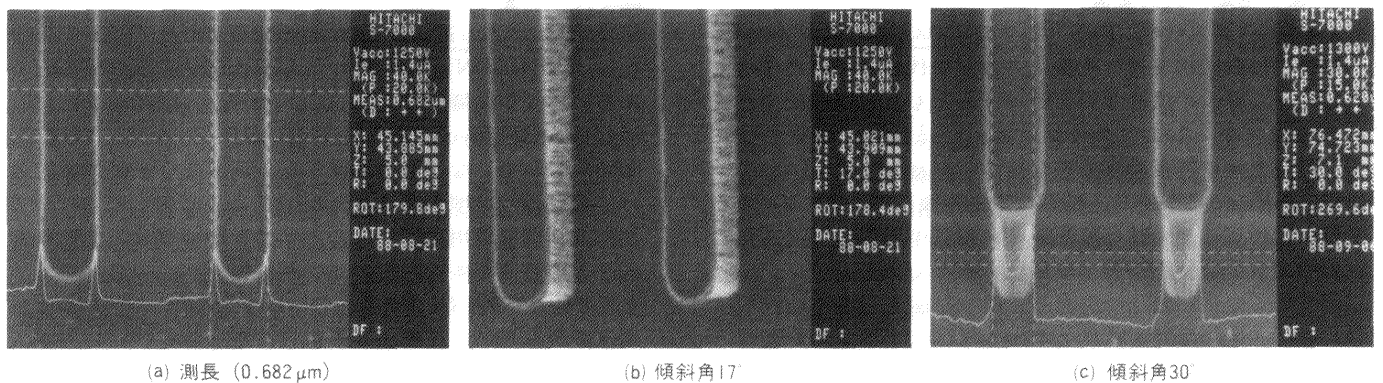


図8 レジストパターンの測長及び外観評価の例

ンの形状によっても観察条件が異なる。ライン／スペースパターンに比べると、ホールパターンのほうが観察条件の設定範囲は厳しくなる。

表3 主な仕様

項 目		仕 様
像 分 解 能		15 nm (加速電圧 1 kVの時)
測長再現精度		0.02 μm
加 速 電 圧		0.7～3.0kV (100Vステップ)
倍 率		×100～×100,000倍
ウェーハサイズ		6", 5", 4"
ロ ー ダ		カセット To カセットオートローダ
ス テ ー ジ		X, Y 150mm, T 0～60度
ス ト ロ ーク		R ±180度, Z(WD) 5～15mm
ステージ精度		ウェーハ全域 X, Y 10 μm 1チップ内 5 μm
制御系	像 表 示 オート機能	TVスキャン静止画像メモリ方式
		自動測長
		オートフォーカス (AFC)
		オートマティグマ (AFC)
		自動画像調整 (ABCC)
		検査条件自動設定
		電子光学系軸調整 (メモリ方式)
真 空 排 気 系		全自動ドライ排気システム

図7に、0.7μm以下のホールの観察例を、図8に0.68μmのレジストパターンの測定例を示す。これを傾斜観察すると〔図8(b)〕エッチングの状況がより明瞭（りょう）になる。さらに、傾斜の方向を変化させて観察すると〔図8(c)〕上層のパターンに比べて、下部ではパターンが細くなっておりその値は0.62μmで、約9%細くなっていることがわかる。

4. 主な仕様

S-7000形の主な仕様を表3に示す

5. おわりに

今後ますます微細化するプロセス技術の中で、高アスペクト比のパターン評価はよりいっそう重要となり、電子ビームを用いた評価技術が不可欠となろう。こうしたニーズの中で、上述したS-7000形は半導体プロセスの開発、製造工程での品質管理用として活用されることが期待される。

参考文献

- 1) 大高，外：半導体プロセス評価装置，日立評論，68，9，37～42（1986-9）
- 2) 渡部，大高：電子ビーム（EB）によるプロセス評価と寸法測定技術，LSIテストング技術，トリケップス，285～303（1986）
- 3) T. Ohtaka, S. Saito, et al.: Hitachi S-6000 Field Emission C-D Measurement SEM, Proceeding of SPIE, Vol.565, SPIE, 205～208（1985）
- 4) 古屋，外：FEB測長装置S-6000，日本学術振興会132委員会第93回研究会資料，p.1～5。（1985）

電子顕微鏡用画像解析装置とその応用

Image Analyzer for Electron Microscope and It's Applications

木村 淳*

(昭和 63 年 12 月 1 日受理)

1. 画像解析装置の成り立ちと発展

独立型画像解析装置 (Stand alone Image Analyzer 以下, IAと略す。)の実用化は, せいぜいここ20年程度の歴史しか持たない。しかし, その間の変遷, 進歩は非常なものである。概略を振り返って見よう。

1.1 画像形成, 入力装置

工業用TVカメラが, FSS (フライングスポットスキャナ) や機械的移動機構を持つ画像入力装置に代わって実用化されて以来, 普及の度合が高まった。もともと目視の便のための機能 (2 : 1 インターレース, $\frac{1}{25} \sim \frac{1}{30}$ 秒で1画面を作る, 可視光域に波長感度特性を持つ, など) が逆にIAのためには不便なこともあり, 特別な走査速度を持つTVカメラを専用にも作ることも行われた。これだけ半導体化が進んだ世の中で数少ない真空管の実用生き残りである。

ようやく変化が起きつつあり, 固体平面素子を用いたもの, RGB各色の信号を取り出すもの, 1,000本程度の走査線で1画面を作るもの, といった技術が実用化 (価格を含めて) の段階に入ってきた。

1.2 画像貯蔵, 出力装置

CRTにディスプレイするのが通例で, ここにも技術の本質としての革命は起こっていない。走査の方式を工夫しての見やすさや疲労の軽減というオペレータのための親切機能の進歩は多々見られるが, 最近の傾向はカラー化, ちらつきをなくす, 高精細, 等きめが細かくなっている。

画像の貯蔵としての最大の進歩はデジタル画像の貯蔵である。従来, せいぜいVTRに, TVカメラの画像を蓄え, その中の適当部を再生して画像処理をするということしかできなかったが, IAによりデジタル (多値) 化した画像をフロッピーディスクや光ディスクに記憶させれば簡単に画質の良い画像を貯蔵, 再生できる。難点は画像が大きなメモリ容量を必要とすることで, $5\frac{1}{4}$ インチのフロッピーディスクには512×512×8ビットのRGBカラー画像が1枚しか記憶できない。

画像のハードコピーも各種の不満に満ちた変遷を経て, 銀塩フィルム, インスタントフィルム, 熱転写記録が現在の主流である。この分野もカラー化が流行している。

1.3 画像解析装置

1963年QTM-Aが実用機として発表された (英国Metals Research社)。その後QTM720 (Imanco社), QMS (Bausch & Lomb社), LUZEX450 (ニレコ) などが1970年代初めまでに発売され, それぞれ一応の成果をあげた。

動作原理はいずれもTVカメラからの画像の取り込み時に2値化して, 1ラインの画像メモリを通過させることにより連結性の検証を行って粒子を確認し, 計数することを主眼としていた。1975年頃からマイクロプロセッサ, ICメモリの発達に伴い2値化画像メモリを備え, 2値化画像処理機能を持つ装置で, 対話型オペレーションにより人間の視覚認識感覚にかなり近いことのできる装置が出た。TAS (Leitz社), OMNICON (B&L社), LUZEX500 (ニレコ) などである。1980年以降QTM900 (Cambridge Instruments社), MagiscanII (Joyce-Loebl社), IBASII (Zeiss社), LUZEX5000 (ニレコ) など濃淡画像フレームメモリを複数個内蔵して濃淡画像処理を行うことができる装置が主流になってきた。制御管理用には外付のミニコンやパソコンを使う方式をとる装置が多く, ミニコン画像処理からのアプローチをしていたTOSPIX (東芝), Nexus (柏木製作所) なども画像解析システムを構成するようになった。

現在はコンピュータ画像処理と専用画像処理との境界がなくなりつつあり, 専用のIAも高性能のパソコンやEWSを制御管理用として採用するものが多くなっている。

2. 画像解析装置と電子顕微鏡との結びつき

IAは光学顕微鏡で目視検査を行っている分野をその主な使用対象として開発されたが, 特に金属学の応用ではすでに1967年頃からSEM, TEMの画像を取り込むことも試みられた¹⁾²⁾。TEMには試料後方に置いた蛍光板を裏側からTVカメラで観測する方法, SEMにはその同期信号に同期して検出信号を取り込む方法で, 原理的には現在も行われているものである。

2.1 粉体粒度測定における電子顕微鏡

表1に粒度測定法の原理, 測定範囲, 粒度の意味などをまとめて分類化したものの一部を示す³⁾。光学顕微鏡の分解能以下のところでの「大きさ」の測定, 計数などに利用されている。固定中の固体粒子 (例えば鋼中の非金属介在物など) には他の測定法は使えないが, 空中や水中の固体, 液体粒子の粒度測定には光散乱法などが有効で, 50nm程度まで測れるものも実現してきている。

2.2 SEMにおけるスキャンコンバータ

初期のスキャンコンバータ管 (SCT) は文字通り走査速度の違いを変換するもので, スロースキャンで作られたSEMの画像をSCTに書き込み, TVスキャンでそれを読み出せば通常のTVモニターで画像を見ることができる。これを利用して観測だけでなく, IAに取り込んで以後は2値化, 計数を通常のシステムで行うことができる。1976年頃から米国及び日本で何例か実施された。

デジタルメモリが普及してからは, いったんA-D変換

* 株式会社 ニレコ 画像事業部 部長

表 1 粒度測定法の分類

原 理	測 定 方 法	測 定 範 囲			測 定 粒 子 径	分 布 基 準	試 料 状 態
		mm	μ	m μ			
計 数	光学顕微鏡	_____	_____	_____	長さ、面積ほか	個数分布	W, D
	電子顕微鏡	_____	_____	_____	長さ、面積ほか	個数分布	D
	コーンカウンタ	_____	_____	_____	球 相 当 径	重量分布	W
	光路遮へい法	_____	_____	_____	球 相 当 径	個数分布	W
	レーザ前方散乱法	_____	_____	_____	球 相 当 径	体積分布	W, D
	光 散 乱(OWL)	_____	_____	_____	球 相 当 径	体積分布	W, D
ふ る い	ふ る い 分 け	_____	_____	_____	ふるい目開き	重量分布	W, D
沈 降 速 度	重力沈降法	_____	_____	_____	ストークス径	重量分布	W, D
	遠心沈降法	_____	_____	_____	ストークス径	重量分布	W, D
	光透過法	_____	_____	_____	ストークス径	面積分布	W
	風ふるい、水ひ	_____	_____	_____	ストークス径	重量分布	W, D
電 磁 波 散 乱	光 散 乱 法	_____	_____	_____	球 相 当 径	体積分布	W, D
	X線小角散乱法	_____	_____	_____	//	//	W, D

注：W：湿式，D：乾式

してデジタル多値化画像として書き込むスキャンコンバータに取って替わった。現在ではIAにSEMの画像を取り込むのはすべてこれによっている。

2.3 電子顕微鏡画像のオンライン処理

電子顕微鏡で観察しながら画像処理を行って、観測の補助をしたり、雑音除去などの後、取り込んだ画像にFFT処理など構造解析することについて、金谷教授が詳しく解説している⁴⁾。IAの画像処理速度の向上により、ラプラシアン処理、FFT及び逆FFT処理などが0.1秒～20秒程度（画素数に依存する）で行えるようになり、観測中に画像処理を行って最適の対象を探索し、分かりやすい写真を作り、二次元及び三次元の構造解析を行うことができるようになった。

2.4 厚い生物試料の立体計測

超高压電子顕微鏡の応用の一つに厚い生物試料の観測がある。更に2枚の角度を変えてとった画像をIAに取り込み、立体測定をする試みを浜、有井両教授が実現している⁵⁾。立体視や3次元解析は近年この他にも多数試みられている。

3. 最近の画像処理／解析装置

いわゆる汎用画像処理／解析装置は、世界中で主として英、独と日本で製造市販されている。最近の傾向として完全なデジタル処理が当然となり、8～16ビットの濃淡レベルを持つ画像メモリを内蔵する。画像の表示としてカラー又は擬似カラーが主流で、2次元画像の大きさは512×512又は1,024×1,024pixelが標準である。ここではニレコのルーゼックスIIIを例にとってその構造を紹介する。

3.1 ルーゼックスIIIのシステム構成

図1にルーゼックスIIIシステムの外観を、図2にその構成例を示す。光学顕微鏡、電子顕微鏡などの画像形成装置、その他デジタル信号で画像を送り出す装置など、目的とする画像の入力装置から送られてきた画像信号はルーゼックスIIIのイメージメモリに蓄えられる。この画像に対する処理・解析を行って測定データ、画像データをカラー画像ディスプレイ、プリンタ、ディスケット、光ディスク、イ

メージプリンタ等の出力装置に送り出す。

ルーゼックスIIIの仕様、内部構成については次節に詳述するが、イメージメモリの基本構成が2,048×2,048×16ビットという大きなものになっている。現在のところこのメモリサイズに見合う精度のTVカメラ（モノクローム、カラー共）やディスプレイ装置、VTRなど周辺の装置、システムが実用的価格、性能では供給されていないが、このイメージメモリは分割が比較的自由で、いろいろ使い方ができるようになっており、各種の画像入力装置に対応可となっている。

3.2 仕様と内部構成

図3に内部構成のブロック図を示す。この基本仕様は次の通りである。

(1) メインプロセッサ

イメージメモリ

基本サイズ：2,048×2,048×16ビット 2面

分割構成の例

ピクチャメモリ：1,028×1,028×8ビット 12面

シルエットメモリ：1,028×1,028×1ビット 16面

シェーディングメモリ：512×512×8ビット 8面

分割構成して512×512×8ビットのピクチャメモリと

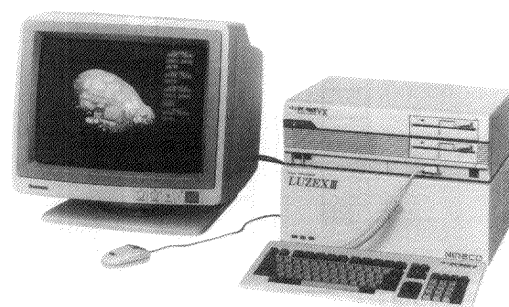
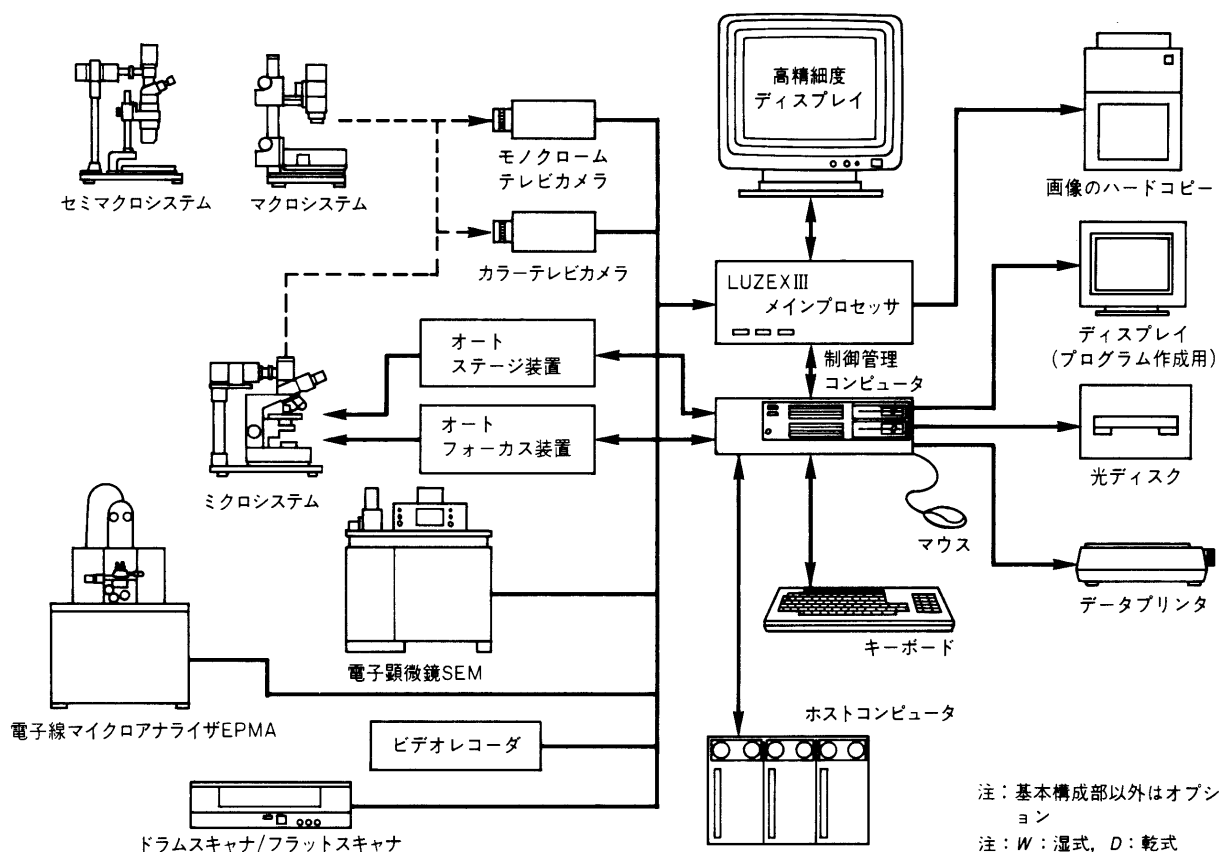
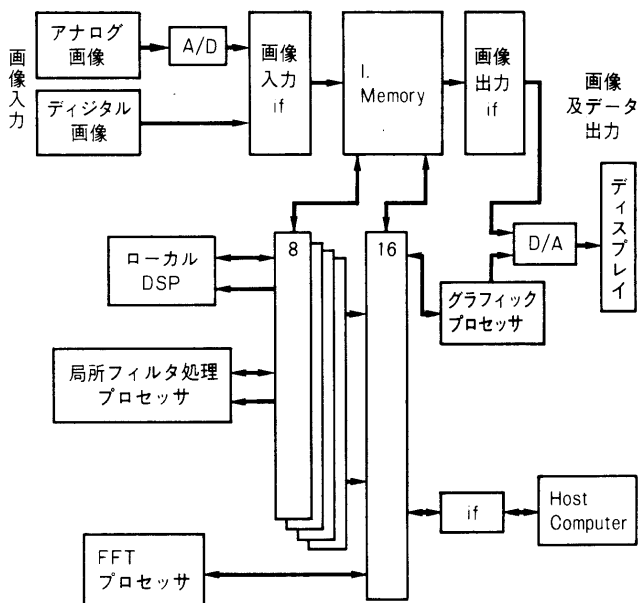


図1 ルーゼックスIII画像処理／解析装置の外観



しての使用例も多い。
ローカルプロセッサ
画像処理，計測を高速で行うため，
16ビットDSP 4個並列動作



固定フィルタ処理など専用ゲートアレー
FFT専用メモリと32ビットフローティングプロセッサ
その他専用ハードウェアを組み込んでいる。

(2) ディスプレイ

20型高精細度カラーCRT
高速ノンインタレーススキャン
表示メモリ：1,280×1,024×8ビット，RGB各1面

(3) 制御管理コンピュータ

標準的にはNEC社製PC9801RA 5を採用しているが，メインプロセッサ側にインタフェースを持っており，市販の多くのパーソナルコンピュータが使用できる。

(4) 画像入力部

ルーゼックスIIIの特長の一つに各種の画像入力装置に対応することがあげられる。標準的なものを列挙してみると次のようになる。

TVカメラ（白黒）： $\frac{1}{30}$ 秒1画面，走査線525本
TVカメラ（RGBカラー）：同上
高精細TVカメラ（白黒）： $\frac{1}{30}$ 秒1画面，走査線約1,000本
高精細TVカメラ（RGBカラー）：同上
VTR： $\frac{1}{30}$ 秒1画面，走査線約256本
走査形電子顕微鏡：各種走査信号に対応するスキャンコンバータを外付
X線マイクロアナライザ等：同上又は直接
デジタル画像信号：各種
入力画像信号に含まれる各種のノイズに対して専用メモ

りを用いたシェーディング補正、リアルタイム加算による画像の積算や平均化を行うことによりノイズ低減を行っている。

(5) 画像の貯蔵

画像をいったん蓄えておいて、後刻再度取り出したいという要求が多くなっている。ルーゼックスIIIのデジタル画像はすべてフロッピーディスク、光ディスクに容易に書き込み、読み出しができる。画像データの大きさは標準的に白黒で1 MB、カラーで3 MBと非常に大きいので、メモリ媒体の容量には注意を要する。

3.3 画像処理機能と速度

各種の画像処理、画像解析の機能を内蔵しており、ユーザは自分に必要なものを呼び出して実行させる。それらの処理速度は、 $1,024 \times 1,024 \times 8$ ビットの画像に対する濃淡画像処理の一部を例として表2に示す。ソフトウェアで処理することや従来の装置に比べると、その画素数を考えたときに非常に高速であることが分かる。

4. 電子顕微鏡画像への画像解析装置の応用例

最近のルーゼックスIIIの電子顕微鏡への応用例を簡単に紹介する。

4.1 アモルファスの抽出

キャノン㈱殿の提供による結晶とアモルファスの混合合金からアモルファス部分の抽出を図4に示す。構造の繰り返しの特徴からFFTによるパワースペクトルに対する画像

表2 ルーゼックスIIIの濃淡画像処理速度

項 目	処 理 速 度
濃度変換（濃度拡大、指数変換など）	約0.7秒
空間フィルタ（マトリックス処理）	—
3 × 3 ラブラシアン	0.6秒
3 × 3 最小値フィルタ	0.6秒
S O B E L フィルタ	1.6秒
F F T	20.0秒
画 像 間 演 算	0.3秒

処理、逆変換でアモルファス部分と結晶部分の分離を行った。

4.2 Catalaseの結晶構造の抽出

工学院大学金谷研究室殿の実験によるCatalaseの結晶構造の抽出を図5に示す。規則的な繰り返し構造がきれいなFFTパワースペクトルとして表され、逆変換によって雑音の少ないきれいな結晶構造が抽出される。

4.3 ICパターン

ICパターンの検査には各社の秘密事項もあり共通化は難しいが、低倍のSEMによる詳細な画像検査も $1,000 \times 1,000$ 画素によって用途が開けつつある。図6に一例を示す。

4.4 セラミックス

ファインセラミックスの技術は温古知新の感がある。図7に示すOil Stoneのように微小結晶構造の結合体を示すこ

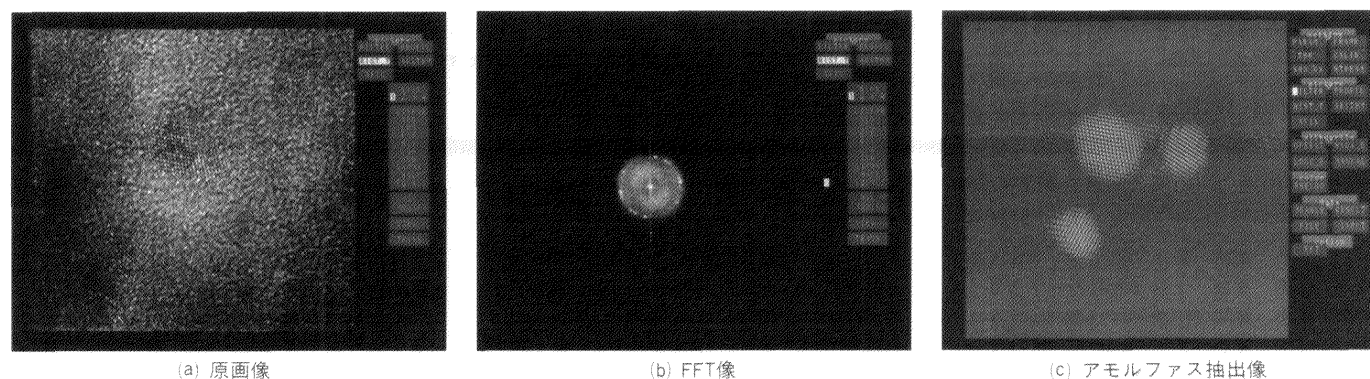


図4 結晶とアモルファスの混合合金からのアモルファスの抽出

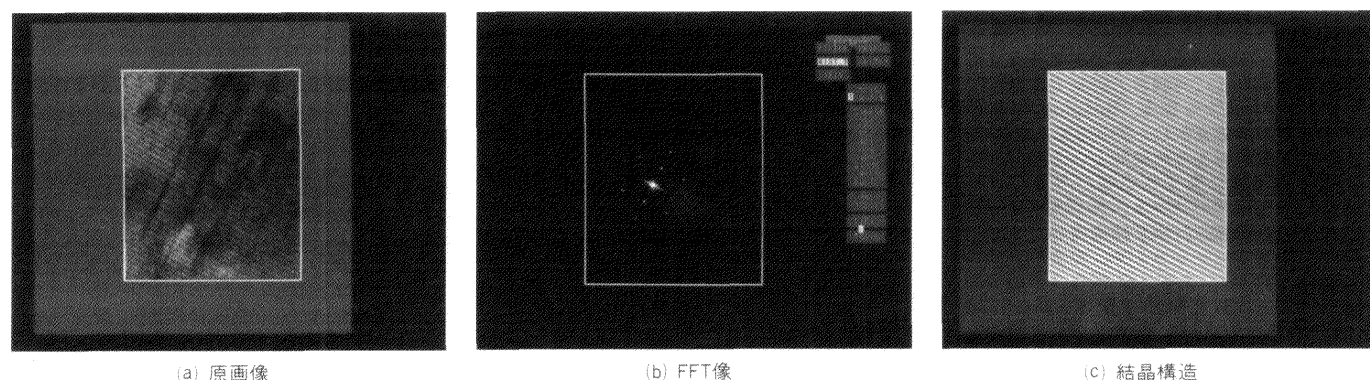


図5 Catalaseの結晶構造の抽出

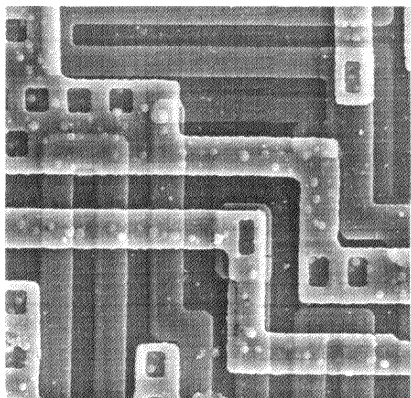


図6 ICパターン

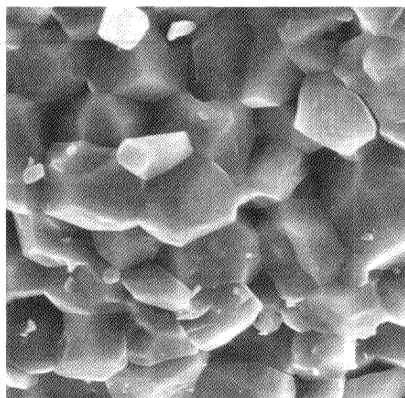


図7 Oil Stone

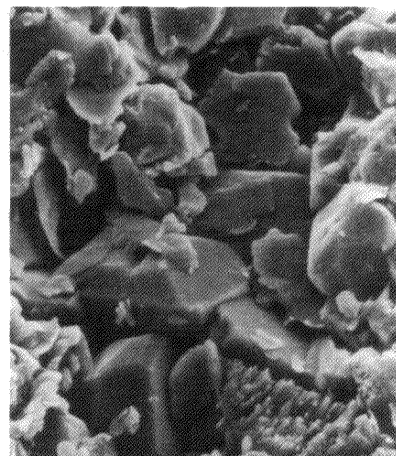


図8 砂岩破断面に見える潜晶質石英結晶

とが多く、その形状特性などSEMの活躍する場は広い。

4.5 岩石

東京大学生産技術研究所第5部小林研究室殿の提供された図8に示す砂石の破断面もSEM+IAの活躍の場である。この研究は特に潜晶質石英の自形結晶の形、大きさの定量化から始まっている。

5. むすび

筆者の浅学のため偏った報告になったことをお詫びし、本稿が読者に少しでもお役に立つところがあれば幸いである。日々に新たな進歩のある分野であり、電子顕微鏡内部で処理した方がよいこと、外部独立装置の方がよいことの区別も付けにくくなっている。

終始ご指導をいただく各先生方、ユーザ各位に誌上を借りてお礼申し上げる。

参考文献

- 1) Quantitative Electron microscopy, A. Strang, Inter/Micro'67, England (1967.08)
- 2) Coupling an Image Analyser with a Scanning Electron Microscope, H. Mathy
- 3) 日本粉体工業協会編, 日本粉体計測ハンドブック, 日刊工業新聞社 (1984)
- 4) 金谷光一, オンライン画像処理付構造解析電子顕微鏡, 計測と制御 (1987.08)
- 5) 浜 清, 有井達夫, ニレコニュース19 (1984.06)
- 6) 川路憲一, 木村 淳, 映像情報 (1988.06)

日製産業株式會社

本社 電話 東京(03)504-7211
 筑波支店 電話 土浦(0298)23-7391
 千葉営業所 電話 千葉(0472)47-4151
 北陸営業所 電話 富山(0764)24-3386
 京都営業所 電話 京都(075)241-1591
 岡山営業所 電話 倉敷(0864)25-1316
 沖縄出張所 電話 那覇(0988)78-1311

札幌支店 電話 札幌(011)221-7241
 北関東営業所 電話 大宮(0486)53-2341
 横浜支店 電話 横浜(045)671-5421
 豊田営業所 電話 豊田(0565)28-5191
 大阪支店 電話 大阪(06)366-2551
 広島支店 電話 広島(082)221-4514

仙台支店 電話 仙台(022)264-2211
 西関東営業所 電話 八王子(0426)43-0080
 新潟営業所 電話 新潟(025)241-3011
 名古屋支店 電話 名古屋(052)583-5841
 四国営業所 電話 高松(0878)62-3391
 九州支店 電話 福岡(092)721-3501

<編集後記>

■本号には、国際フロンティア研究機構に移られた古谷先生に券頭言と併せて顕微FT-UVに関する論文を頂き、imaging 特集号を組むことができました。一方で、imaging および画像解析と分析機器といえば、やはり電子顕微鏡に関する話題が多くなります。本号ではノースウエスタン大学マークス博士らの開発した原子構造像のコンピュータ・シミュレーションや、走査トンネル顕微鏡 (STM)、スピンSEMによる微小磁区観察などの報文を主に、関連の新形SEM (カラー表示方式) や、分光光度計を解説して頂きました。

■日立科学機器による報文のご投稿を歓迎いたします。

■本ニュースに関するお問い合わせは、下記へ、または、日製産業株式会社の上記各事業所へご連絡ください。

○日立計測エンジニアリング株式会社
 テクノリサーチセンタ
 〒312 茨城県勝田市市毛882番地
 電話 勝田(0292)73-2111(代)

○日製産業株式会社
 科学機器営業本部 企画開発部
 〒105 東京都港区西新橋1-24-14
 電話 東京(03)504-7195(ダイヤルイン)

THE HITACHI
 SCIENTIFIC INSTRUMENT NEWS
 MAR./APR. 1989 Vol.32 No. 2

発行 平成元年3月1日(年6回発行)
 発行人 岡本匡史
 編集人 永谷 隆
 発行所 株式会社 日立製作所 計測器事業部
 科学機器部
 〒100 東京都千代田区丸の内1-5-1新丸ビル
 電話 東京(03)214-3123(直通)
 印刷所 日立印刷株式会社