

タングステン ポイントフィラメントの 電界放出模様の観察

竹 松 英 夫, 北 村 隆, 森 田 千 明

Observations of the Field-Emission Pattern of Tungsten Point-Filament

Hideo TAKEMATSU, Takashi KITAMURA, Chiaki MORITA

In order to study the electron optical properties of point-filament in the electron microscope gun, this experiment has been worked.

By means of Müller type microscope, T-F emission patterns from tips of single crystal tungsten wire and ordinary one are observed in vacuum of 10^{-7} ~ 10^{-8} Torr. The observed patterns show that the two kind of tungsten wires have little difference in lower temperature but large difference in higher temperature.

It is shown that there exist differences between the emission patterns derived after the tips are heated up to the higher temperature and then cooled down to the room temperature applying the anode voltage throughout this process and the emission patterns derived after the tips are heated and then cooled without applying the anode voltage.

It is concluded that the pattern's differences due to the high and room temperature of the tips are affected by the microscopic deformations of the tips by the electric field applied.

1. ま え が き

電子顕微鏡の電子銃にポイントフィラメントを使用した場合の電子光学的性質を明らかにするために、我々はウエーネルト電極のない、いわゆる、Müller形電子顕微鏡で放出模様を観察している。前回では市販のタングステン線により作られた先端からの放出模様の温度依存性について述べた。今回はそれを更に進めると共に単結晶化されたタングステン線を使用したものについても観察を行っているので報告する。

2. 実 験 方 法

ポイントフィラメントは先ず市販の $0.2\text{mm}\phi$ のタングステン線をピカールにより汚れを落したものを使用して、前回と同様な方法で作った。簡単に順序を述べると、上記のタングステン線で普通のヘアピン形フィラメントを作り、その頂点に先端となる同径のタングステン線、又は単結晶された $0.178\text{mm}\phi$ のタングステン線を点溶接する。次に 10^{-5} Torr 程度の真空中で30分間、6 Amp (約2750°K) の電流で加熱した後、1.0N の NaOH 液で電解腐蝕して先端を尖鋭にした。

装置は超高真空蒸着装置のベルジャー内にフィラメント先端と陽極間を 3mm 、陽極と蛍光板間 3cm とした。

陽極は $100\text{mm}\times 100\text{mm}\times 0.3\text{mm}$ のステンレス鋼の平板で、中心に $5\text{mm}\phi$ の孔を設けたものである。蛍光板は $100\text{mm}\times 100\text{mm}$ のネサガラス板に蛍光膜を作り使用した。

なお、ヘアピン形フィラメントの頂点の温度を光高温計に依り測定して先端の温度とした。

3. 観 察 方 法

真空度が 10^{-8} Torr 台に到達してから、脱ガスのためフィラメントを4.0Amp (約2150°K) の電流で加熱し、此を真空度が回復するまで1~3時間程度続けた。

(1) 真空度が再び 10^{-8} Torr 台に回復してからフィラメント加熱電流を 3.6Amp (約1950°K) に下げ、陽極電圧を徐々に0から上昇させて、蛍光板上の放出模様が鮮明になった電圧で固定し、フィラメント加熱電流、すなわち、陰極先端の温度を種々変化させて放出模様を観察した。

(2) 最初は上記と同様に行って、一旦フィラメント加熱電流 3.6Amp (約1950°K) で放出模様を確認してから、陽極電圧をスイッチオフして、3.6Amp で、5分間の加熱を行う。次に観察を行おうとする加熱電流、すなわち、陰極先端の温度にする。この電流値で安定するまで、5分程度待ってから、陽極電圧を0から徐々に上昇

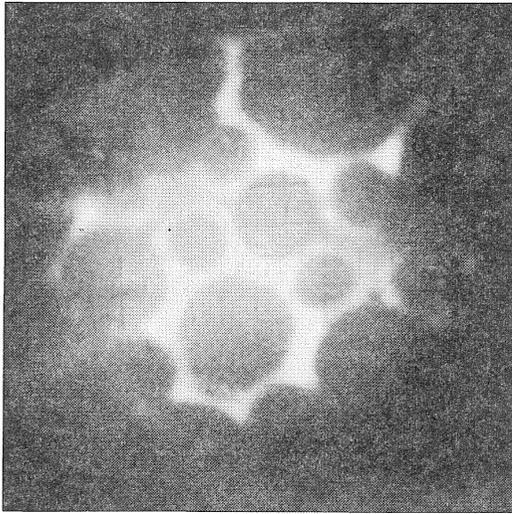


Fig. 1 約1700°K, 6.0KVにおける放出模様

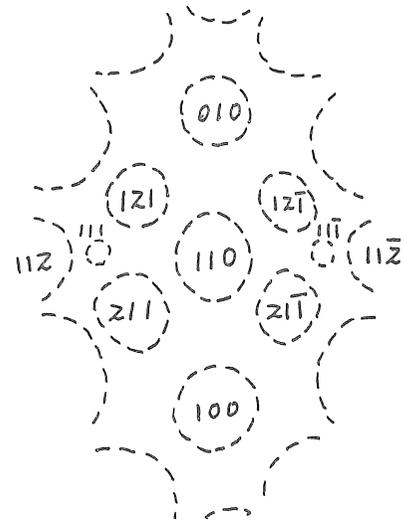


Fig. 2 (b) (a)図の結晶面のミラー指数

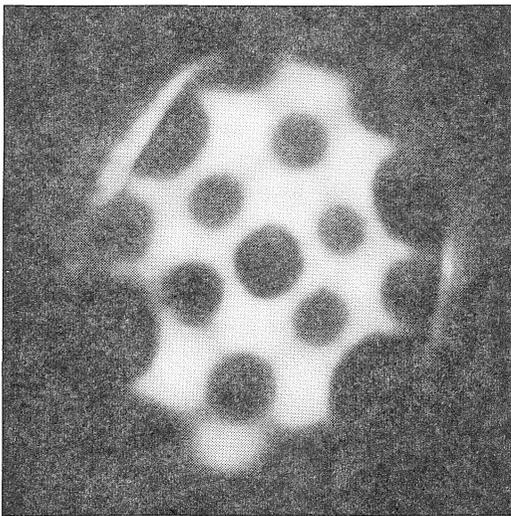


Fig. 2 (a) 約1950°K, 6.0KV, 放出電流約0.23mAにおける放出模様

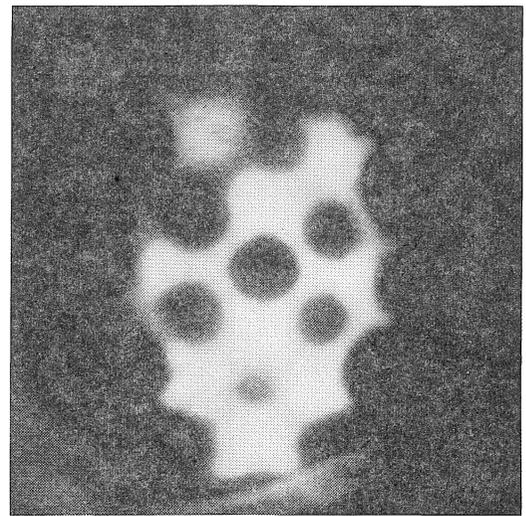


Fig. 3 約1950°K, 6.0KV, 放出電流約0.17mA, における放出模様

させ、蛍光板上の放出模様を観察した。次に、再び陽極電圧をスイッチオフして、3.6Amp (約1950°K), 5分間の加熱を行い、希望の加熱電流にする。これをくり返し行い観察を続けた。

真空系の改良の結果、フィラメント加熱電流を流さない、すなわち、室温においても、先端の破壊は起りにくく、室温の状態での放出模様の観察も行っている。真空度は通常 10^{-8} Torr 台であった。

4. 実験結果

前報告では市販のタングステン線の汚れを落すため、 10^{-5} Torr 台の真空中で 6.0Amp (約2750°K), 30分間の熱処理のみ行っていた。今回は先ずピカールによりタ

ングステン線の汚れを落とし、その後、上記と同様な真空中の熱処理を行っている。その結果、前回の放出模様では Fig. 1 のように、輝いている所と暗い所が明瞭に区別できるが、今回は Fig. 2-(a) のようにあまりはっきりしていない。

単結晶化を行ったタングステン線で作られた先端からは Fig. 3 に示す低温部の放出模様が観察された。

市販のタングステンを使用した先端と単結晶化のもの比較すると、低温部では Fig. 2-(a) と Fig. 3 とから明らかなようにあまり変化が見られなかった。しかし、高温部の放出模様では、市販のものは Fig. 4 のように(111)面とそのまわりが強く輝き出す模様がほとんどで

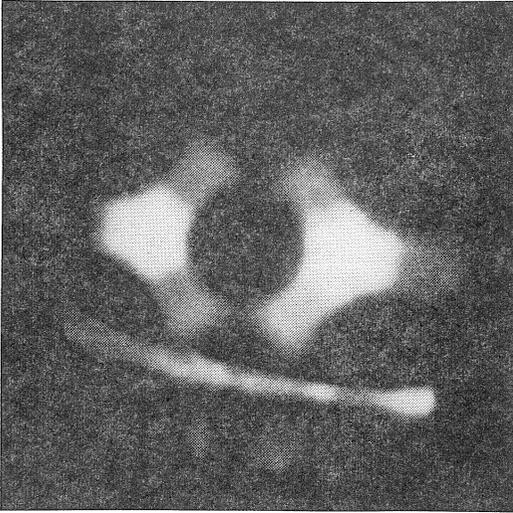


Fig. 4 約2150°K, 5.0KV, 放出電流 1.0mA における放出模様

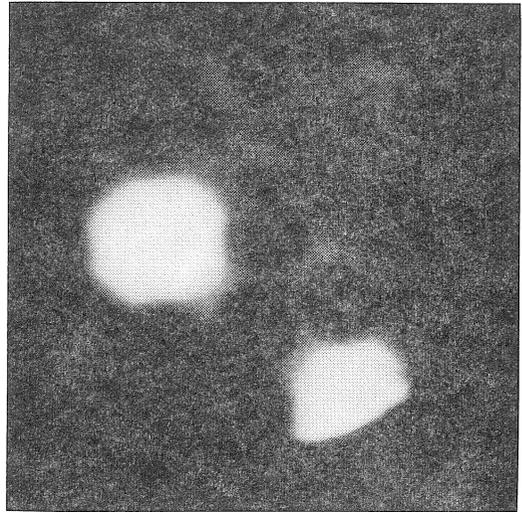


Fig. 6 約1950°K, 4.0KV, 放出電流約0.46mA における放出模様

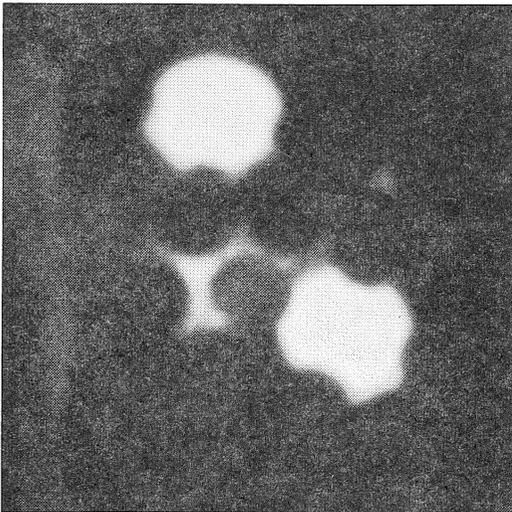


Fig. 5 約1850°K, 6.5KV, 放出電流約 0.19mA における放出模様

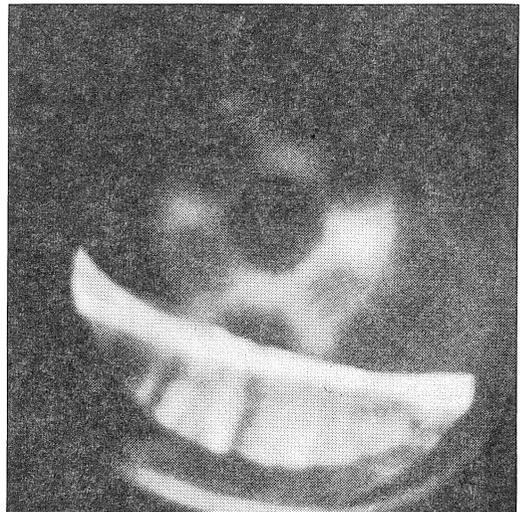


Fig. 7 約2150°K, 5.0KVにおける放出模様

あったのに対して、単結晶化のものは Fig. 5 に示すような (100) 面とそのまわりが強く輝いている模様が観察された。市販のものでも Fig. 6 のような Fig. 5 と同様な模様が得られている。

この外に両者の主な相違は観察されなかった。

次に、低温部から高温部への放出模様の遷移については、加熱電流4.0Amp (約2150°K), 陽極電圧5KV における Fig. 7 のような低温部の放出模様が、1分間位で Fig. 4 のような高温部の模様となることが観察された。そして、この高温部の放出模様の状態で、陽極電圧5KV のまま、加熱電流を4.0Amp から順次下げながら観察をつけると、3.0Amp (約1650°K) では Fig. 8.

2.0Amp (約800°K) では Fig.9 となり、放出電流は少なくなるが、低温部の放出模様は得られなかった。この傾向は使用したどの先端についても同様であったが、一旦、高温部の放出模様に遷移しても、陽極電圧をスイッチオフして、3.6Amp (約1950°K), 5分間程度の加熱を行えば Fig. 10 に示すような加熱電流3.8Amp (約2050°K) 陽極電圧5KVの Fig. 1 と同様な低温部の模様が得られた。

Fig.10の条件のまま観察を続けると5分程でFig.11のように変化し始め、前述の加熱電流4.0Ampでは1分近くで遷移したのに対して、10分後に Fig.12 のような対称的な高温部の放出模様に至った。

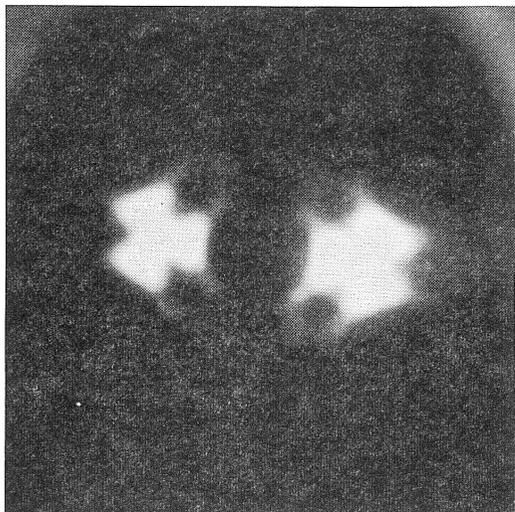


Fig. 8 約1700°K, 5.0KV, 放出電流約12 μ A における放出模様

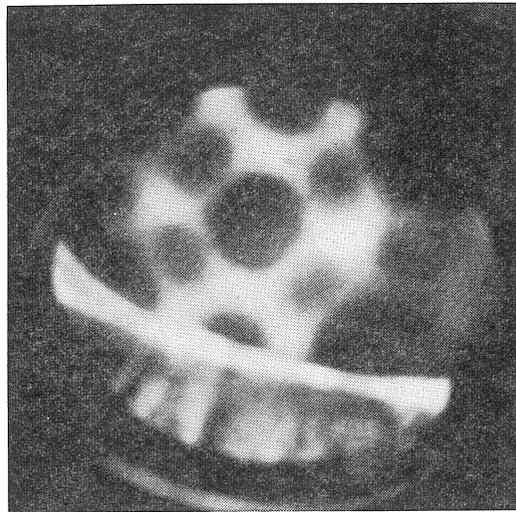


Fig. 10 約2050°K, 5.0KV, 放出電流約0.40mA における放出模様

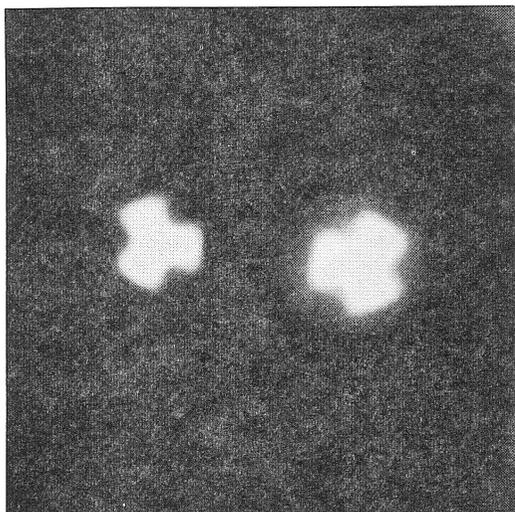


Fig. 9 約800°K, 5.0KV, 放出電流約6.9 μ A における放出模様

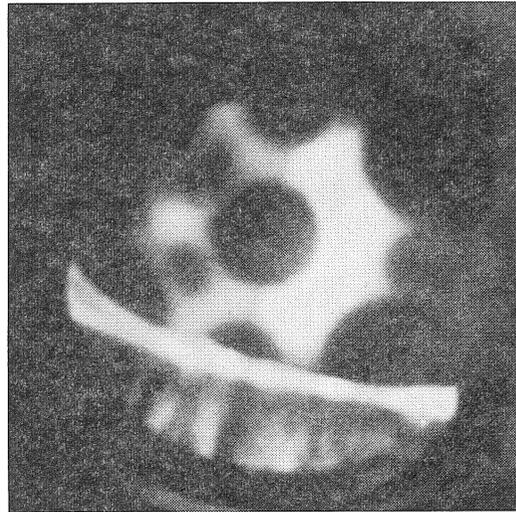


Fig. 11 約2050°K, 5.0KV, 放出電流約0.58mA, 1.27×10^{-7} Torr における放出模様

次に, 加熱電流が零(室温)の放出模様については, Fig. 3 は加熱電流 3.6Amp で観察された低温部の放出模様であるが, この状態で加熱電流をスイッチオフすると Fig. 13 のような放出模様となり, 放出電流は少なくなり, 点状の明滅をくり返えすが全体の模様の形はほとんど変化が見られない。

高温部の放出模様 Fig. 5 についても, 加熱電流をオフすると Fig. 14 の模様となり, 低温部の場合と同様なことが言えた。

しかし, どんな放出模様であっても, 陽極電圧をスイッチオフし, 加熱電流 3.6Amp, 5分程度の加熱を行った後, 加熱電流を切り, 陽極電圧を印加すると(加熱電

流を流している時の模様を確認する時よりもより高い電圧を必要とするが) Fig. 15 のような (110) 面 (211) 面などの面積が狭くなった放出模様が観察された。しかし, Fig. 13 の状態で陽極電圧をスイッチオフして, フィラメントの加熱を行わずに, 2分間待った後, 再び陽極電圧を印加しても, Fig. 16 の放出模様が観察され, Fig. 15 のような放出模様は得られなかった。

5. 考 察

以上の結果から, 2つの異なる過程により室温にさげられた先端からの放出模様の相違については, 高温において, タングステンや吸着物質の原子の移動 (migration) が起こりやすく, 陽極電圧を印加すれば, 当然,

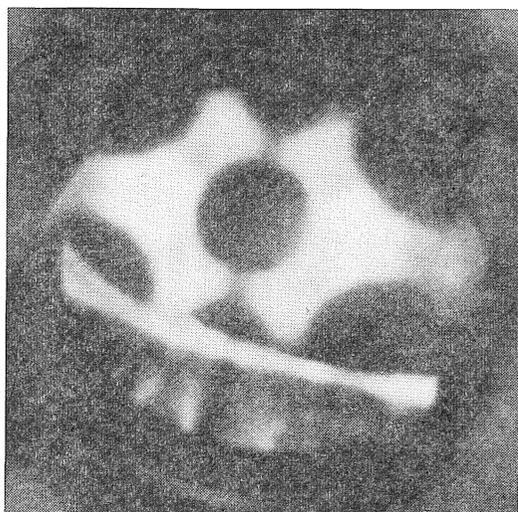


Fig. 12 2050°K, 5.0KV, 放出電流約0.79mAにおける放出模様

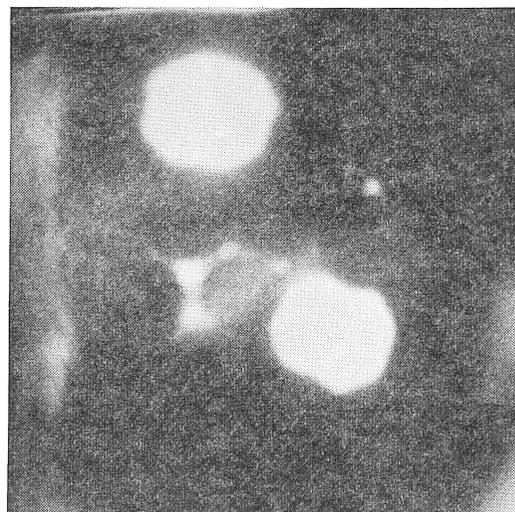


Fig. 14 室温, 6.0KV, 放出電流約7.9μAにおける放出模様

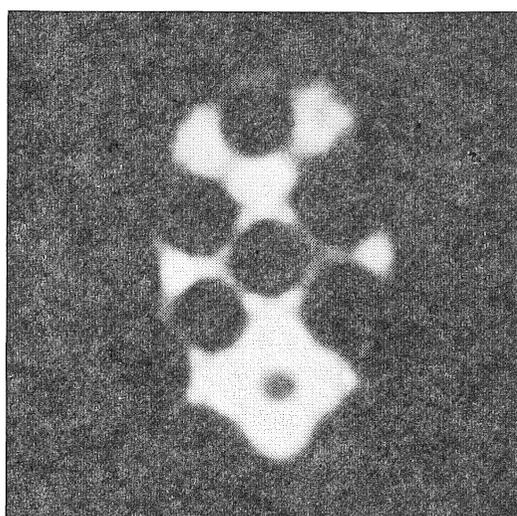


Fig. 13 室温, 5.3KV, 放出電流約5.2μAにおける放出模様

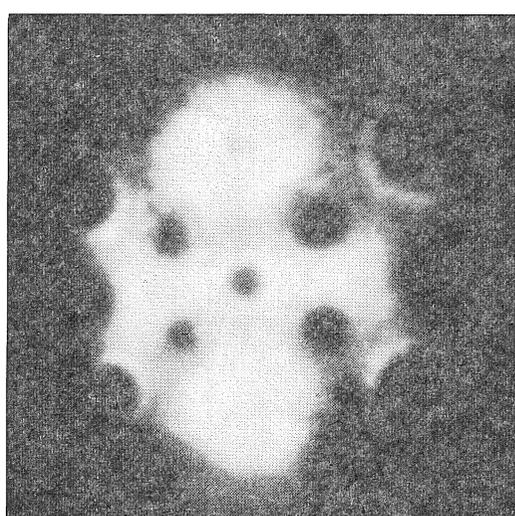


Fig. 15 室温, 8.0KV, 放出電流約 11μA における放出模様

先端の微視的な変形も考えられるが、室温においてはそのようなことは起りにくい⁽⁴⁾、この考えから、陽極電圧を印加したままで、先端を高温度から室温に下げても、先端の変形した状態は変わらず、したがって、全体の放出模様は高温度のものと同じであること、それらの放出模様と陽極電圧を一旦切り、高温度の加熱を行った後、室温にして、観察されたものとは異なることも了解できる。

低温部から高温部への放出模様の遷移については、上述のようなことも考えられるが、市販のタングステン線の先端と、単結晶化を行ったものとの高温部の放出模様の差異があり、今の所はっきりしていない。

6. あとがき

電子顕微鏡用ポイントフィラメントの性質について次のようなことが考えられる。

(1) 結晶軸の異なったものを使用することは必要であろうが、ポイントフィラメント用のタングステン線を単に単結晶化する必要はない。

(2) 一定条件下においても、放出模様の変化からみられるように輝度の変化が起り得る。

(3) 先端の破壊が予期できるときは陽極電圧を一旦下げ、高温度の加熱により、再び使用できる先端になる場合がある。

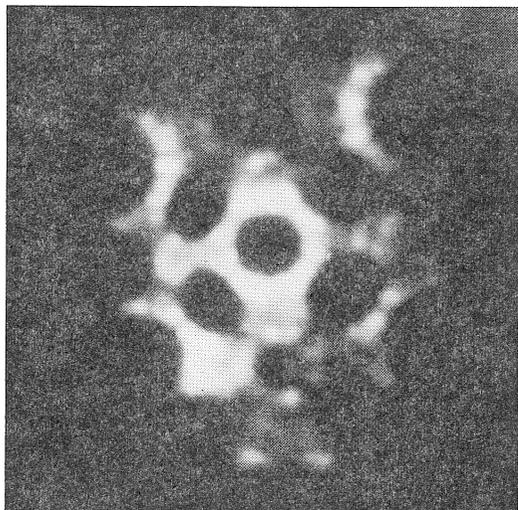


Fig.16 室温, 5.8KV, 放出電流約 $2.0\mu\text{A}$ における放出模様

最後に, 実験にあたり, いろいろ御示唆を頂いた名古屋大学の丸勢教授に深く感謝いたします.

文 献

- (1) 例えば Dyke. W.P.&W.W. Dolan :
“Advances in Electronics and Electron
Physics” VIII, p.89 (1956)