

高分解能電子廻折装置

光石知国* 近藤彌太郎**

The Electron Diffraction Camera of High Resolution

By Tomokuni Mitsuishi and Yatarō Kondō
Central Research Laboratory, Hitachi, Ltd.

Abstract

The writers have constructed a newly designed electron diffraction camera of high resolution, which has three electron lenses. It is used to obtain the high resolution diffraction pattern, the shadow microscopic image, micro-diffraction pattern, Kossel-Mollenstedt pattern and usual electron microscopic image. In this paper, the outline of the electron diffraction and some descriptions on the construction of the camera are given.

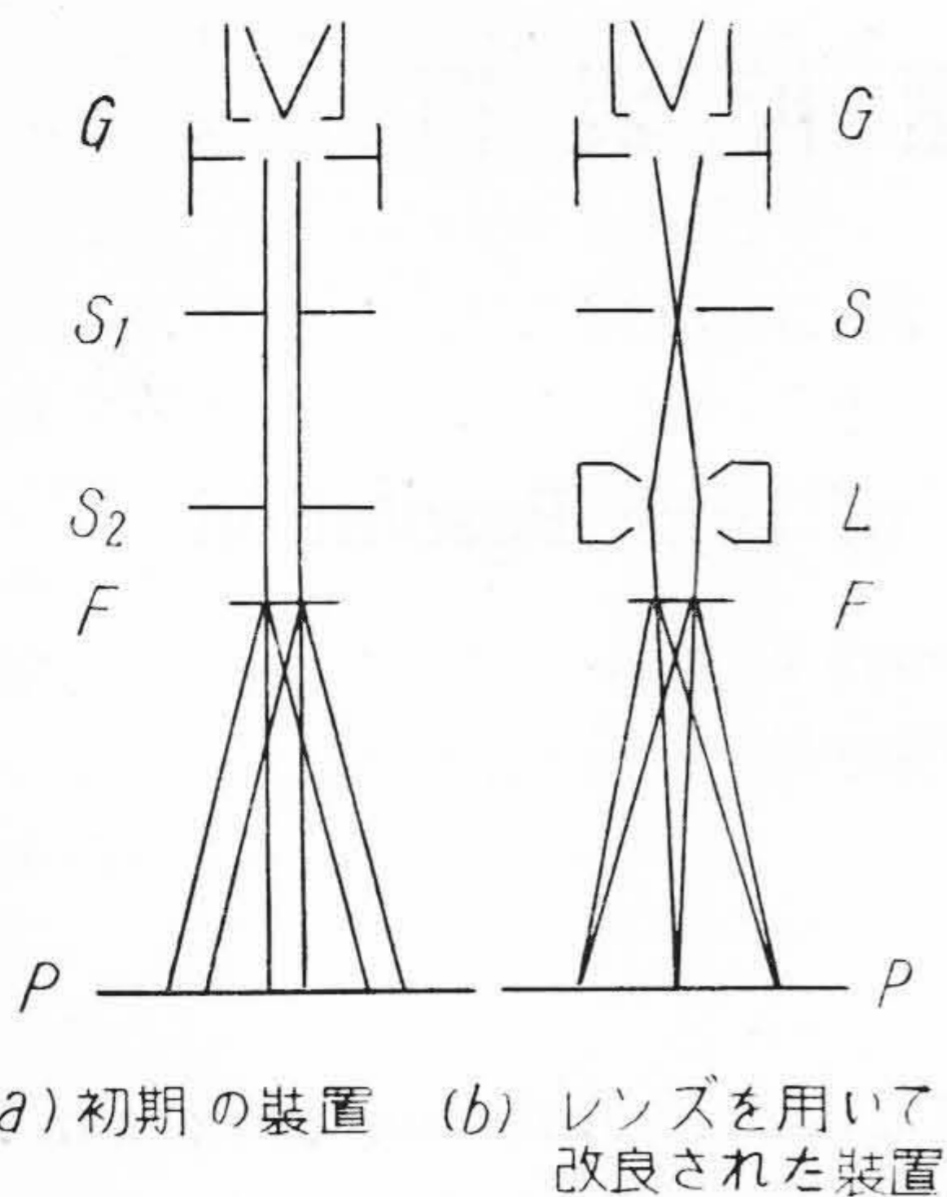
〔I〕 緒 言

Davison and Germer (1927) が結晶による電子の廻折現象を発見して、de Brogei (1924) が予言していた電子の波動性を実証し、当時の物理学の革新的理論であった波動力学の有力な支柱となつて、理論的興味から実験が繰返され、他方X線と同じく結晶解析に有用なことが注目された。X線、電子線にはそれぞれ特長があり、最近行われるようになった中性子線廻折⁽¹⁾を加えて非常に豊富な成果が得られるようになった。X線は技術的に最も取扱いやすく、従つて測定精度も最も高く、理論的にも簡単であるので、現在結晶解析の標準的方法になつているのはX線廻折法である。しかしX線は物質による散乱が小さく透過能が大きいため、薄膜又は極めて薄い表面層の結晶構造を調べるのには用いられない。又散乱が小さいことから強力なX線源が要るし、原子番号の小さい原子は第1表(次頁参照)で知られるようにX線散乱能が極度に小さいので水素原子等の位置を知ることが不可能である。これ等の欠点は電子線を用うることによつて、その半ばが解決されるようになった。即ち第1表によれば、電子波の散乱能はX線の約1万倍に達し、原子番号による違いもX線程ではない。電子線を物質の表面に小さい角度であてれば、数原子層から数十原子層位の深さまでしか透過しないので、この程度の表面層の構造が知られる。他面散乱が大ききことは、廻折線が更に結晶面で反射されて生ずる二次廻折線、又それが繰返さ

れて生ずる三次、四次の廻折線が無視出来ないことを意味し、理論的取扱いも難しくなり、実験的にも複雑な現象を生ずる。(このことは反つてまた電子波の有利な面となり、得られる知識を豊富にするのであるが)。技術的にも亦電子廻折はX線廻折にくらべて厄介で、精度も劣る憾みがある。水素原子位置決定の問題は電子廻折でも多少試みられたが、中性子線廻折が行われるようになって全く解決するに至つた。中性子線の散乱を支配する法測は、X線、電子線とは全く異り、原子番号による変化は不規則且つ不連続的で、隣りあう原子の間でも大きな差違があるので、X線、電子線では、全く不可能であつた問題が解けるようになった。Ni₃-Feの規則不規則構造が明かにされたのはその一例である。唯残念なことに、廻折に用うる中性子源は原子炉に頼つていて、この実験をやれる所は世界でも数える程しかないことである。

翻つて実験技術の発達を顧みると⁽²⁾⁽³⁾、端緒となつた Davison and Germer の実験は低速電子(数百~数千ヴォルト)で行われたものでその実験においては、試料及び装置内部の真空処理に非常に敏感で、又廻折線の検出には捕捉した廻折電子線を鋭感検流計で読むとゆう工合に高度の熟練を要したもので、その成功は驚異的であつた。事実、その後に至つては、殆どこの種の実験が行われていないことをみても、その困難さが判る。ところが英国の G.P. Thomson (1927) 及び我国の西川正治氏及び菊池正士氏 (1928) が相ついで高速電子線(数万ヴォルト)の廻折線を写真乾板に記録して以来、その

* ** 日立製作所中央研究所



G 電子放射管 δ 細孔
L 電子レンズ F 試料
P 寫眞乾板又は螢光板

第1図 従来の装置
Fig. 1. Ordinary Apparatus

困難は消え去つて、一般的な研究手段となり、殊に近年真空技術が発達して装置が扱い易くなつたため、諸分野の研究者に親しみ深いものになつた。

又電子光学的に見ても、初は電子源から出た電子線を幾つかの細孔を通して、細い平行電子線として使つたので、強度が足りなくて苦勞したが、後に電磁レンズを用いて電子線を収束することが考えられ、強度を増すと共に取扱いを著しく容易にした。そして遂に多レンズ系の高分解能廻折装置が出現するに至つて、電子波廻折の特長を剩すところなく發揮することが出来るようになった。

電子廻折の理論的、実験的進歩は、英国の G. P. Thomson とそれに続く Cochrane, Finch, Wilman, ドイツの Laue, Kirchner, フランスの Trillat, 日本の西川正治氏、菊池正士氏及びその後継者の山口太三郎、篠原健一、三宅静雄、上田良二の諸氏等の業績に負うものである。この顔触れからも解るように、理論的にも、実験的にも日本の斯界は世界をリードしていたのであるが、今次大戦が終つてみると米国に於て Hillier⁽³⁾, Picard⁽⁴⁾

第1表⁽⁵⁾ X線、電子線、中性子線の特性 Table 1. Characteristics of X-Ray, Electron and Neutron

	X 線	電 子 線	中 性 子 線
波 長 λ	0.1~1 Å (CuKα=1.5 Å)	加速電圧 50 kV で 0.05 Å	0.07eV のエネルギーで 1 Å
原子構造因数*	原子内電子による散乱振巾の和になる。原子核は関与しない。理論的に求められる。**	原子内の各点に於ける電荷密度による散乱振巾の和で理論的に求められる。***	原子核の中間子場による散乱振巾で理論的には未だ求められていない。
原子構造因数と散乱角との関係	入射線の方向と同じ方向に散乱が大きい。	左に同じくその程度が著しい。	球対称である。
原子構造因数と原子番号 Z との関係	Z と共に単調に増大する。	Z と共に単調に増大する。	Z が変れば不規則に変わる。負値をとることがある****
原子構造因数の例	sin θ/λ=0.5 に対して	sin θ/λ=0.5 に対して	
1H	0.02 × 10 ⁻¹² cm	960 × 10 ⁻¹² cm	+0.52 × 10 ⁻¹² cm (平行スピン) -2.35 (逆平行スピン)
1D	0.02	960	+0.63
6C	0.48	4,140	+0.64
11Na	1.14	6,700	+0.34
13Al	1.54	11,000	+0.35
25Mn	3.13	13,400	-0.32
26Fe	3.27	13,800	+0.91
27Co	3.41	14,400	+0.37
28Ni(58)	} 3.58	} 14,900	+1.04
28Ni(60)			+1.41
28Ni			+0.30
29Cu	3.75	15,100	+0.76
79Au	12.36	33,600	+0.77

* 単位量の入射線が1箇の原子で散乱されたとき、原子から 1 cm の距離に於ける散乱波の振巾。

** ρ(r) を原子内の電子分布とすれば原子構造因数 (X線に対する) は

$$f = \int_0^\infty \frac{\sin sr}{sr} \rho(r) 4\pi r^2 dr, \quad s = \frac{4\pi \sin \phi/2}{\lambda} \quad \phi \text{ は散乱角。}$$

*** $E = \frac{8\pi^2 m e^2}{h^2} \frac{Z - f(s)}{s^2}$ m, e は電子の質量、電荷。h はプランク常数。

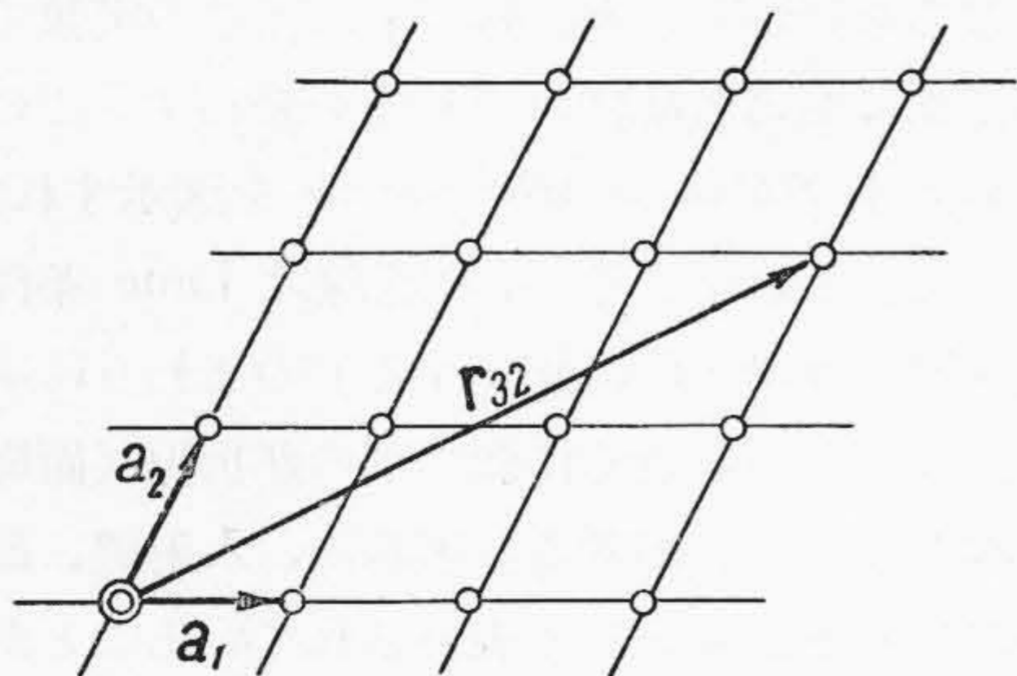
* **** X線廻折の場合には一般に廻折波と入射波の位相差は 180° である。中性子の場合には 180° の場合と 0° の場合とがあり、前者を (+) に後者を (-) にする。

はそれぞれ電子顕微鏡の技術を取り入れて高分解能装置を作り上げ、今迄にみられなかつた電子廻折写真を撮り飛躍的進歩を遂げていた。これより先、我国に於ても三宅、本庄、上田氏等の実験成果は従来の装置の性能の極致に達し、又これ等諸氏の理論の発展は従来の装置の性能の及ばないところとなり、高分解能カメラの出現を促がし、一方鴨川浩氏は電子顕微鏡の電子光学系を用いて、高分解能電子廻折の実験を行つた。こゝに於て米国の業績は大きな刺戟となり、我国の電子廻折学界と、電子顕微鏡の技術に優れた伝統をもつ日立製作所とが協力して、この装置の試作を企てるに至つたのである。

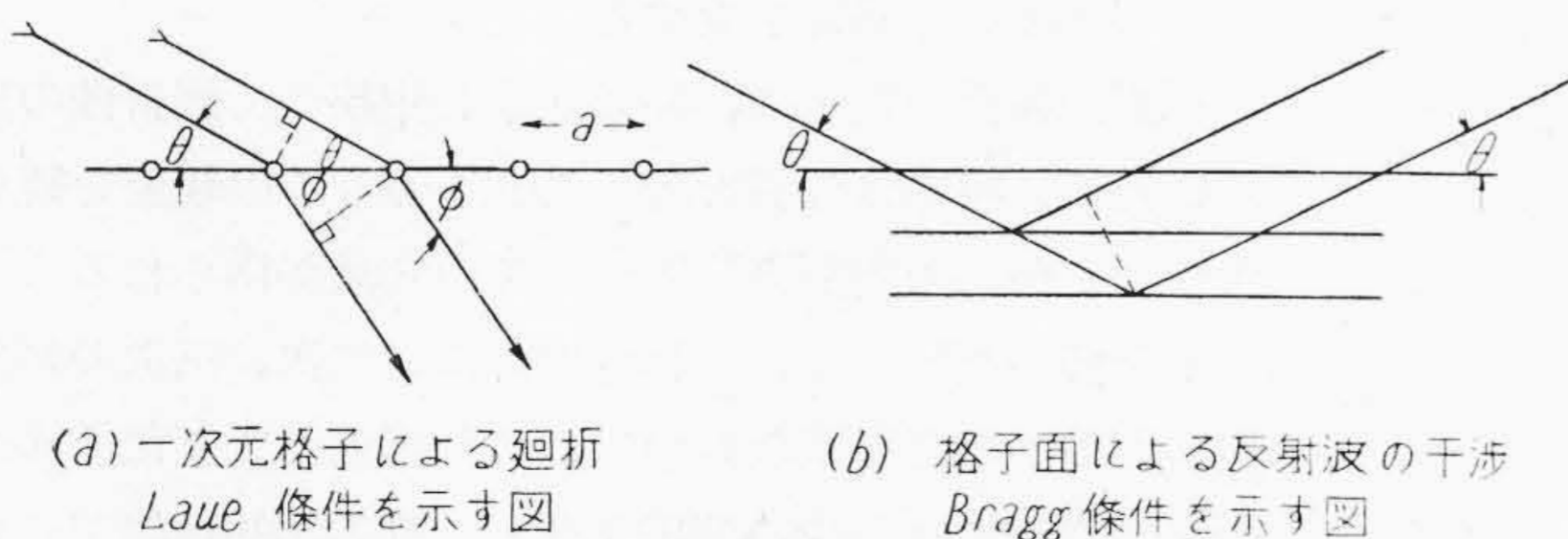
〔II〕 結晶による電子波の廻折

結晶は原子が規則的に配列したもので、金属、無機物の殆どでは微細結晶の集合であつて、結晶の状態がその物質の性質を支配する。これ等の物質に電子線をあてると、構成する微細結晶の内部構造、集合状態に応じて廻折する。電子波の廻折を支配するのは、配列の週期性(三次元的)、単位週期中での原子の位置、その原子の種類、結晶の大きさ、外形であつて、廻折現象はこれ等の効果を相乗的に重ね合せたものである。

このうち週期性を抽象したのが空間格子の概念であつて、これは原点 O を始点とする3箇の独立な基礎ベクトル a_1, a_2, a_3 から構成された $r_{lmn} = la_1 + ma_2 + na_3$ (a_1, a_2, a_3 はその方向への週期を表わし、 l, m, n は任意の整数である。) で表わされる幾何学的点の集りで、各格子点には大きさのない散乱体があるものとする。



第2図 二次元格子
Fig. 2. Two-Dimensional Lattice



第3図 廻折条件説明図
Fig. 3. Illustration of the Diffraction Condition

実際の結晶は単位格子の中に大きさを持つた原子が幾つもある散在しているので、その廻折を論ずるには、単位格子内の原子群を分子と考え、この分子による廻折波を計算し、それと等価の散乱体が格子点にあるとして計算すれば、空間格子による廻折の議論に帰着する。(1)

空間格子による電子波の廻折を論ずるのに、三つの各基礎ベクトルの方向に並んだ三つの一次元格子による廻折条件を求め、それ等3箇の廻折条件を同時に満足するとき、空間格子による廻折が起ると考える。その3条件は、電子波の波長を λ , 入射線、廻折線が a_i となす角を θ_i, ϕ_i とすれば

$$a_i(\cos \phi_i - \cos \theta_i) = h_i \lambda \quad i=1, 2, 3$$

これを Laue の条件という。これ等の式は次のように書直すことが出来る。即ち $1/\lambda$ の大きさを持ち、入射線と同じ向きを持つベクトルを k_0 , 同じ大きさで廻折線と同じ向きを持つベクトルを k とすれば

$$(a_i \cdot k - k_0) = h_i \quad i=1, 2, 3 \dots \dots \dots (1)$$

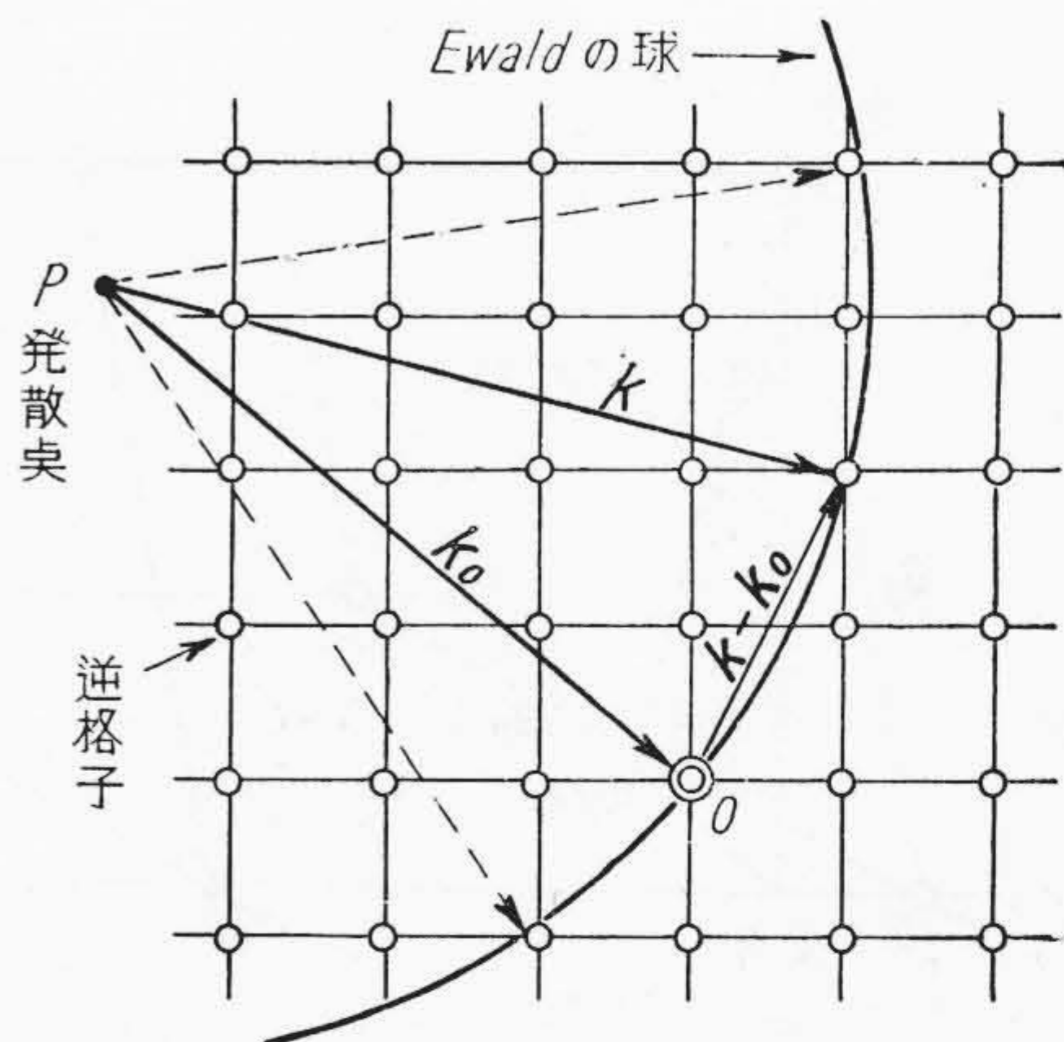
そこで空間格子から次のようにして構成された一種の格子を考える。この格子の一边は長さの逆数の次元を持つていて、逆格子又は相反格子 (Reciprocal lattice) と呼ばれる。

$$R = H_1 b_1 + H_2 b_2 + H_3 b_3 \quad H_i \text{ は任意の整数}$$

$$b_1 = [a_2 \cdot a_3] / V, \quad b_2 = [a_3 \cdot a_1] / V, \quad b_3 = [a_1 \cdot a_2] / V$$

$$V = (a_1 \cdot [a_2 \cdot a_3]) = (a_2 \cdot [a_3 \cdot a_1]) = (a_3 \cdot [a_1 \cdot a_2])$$

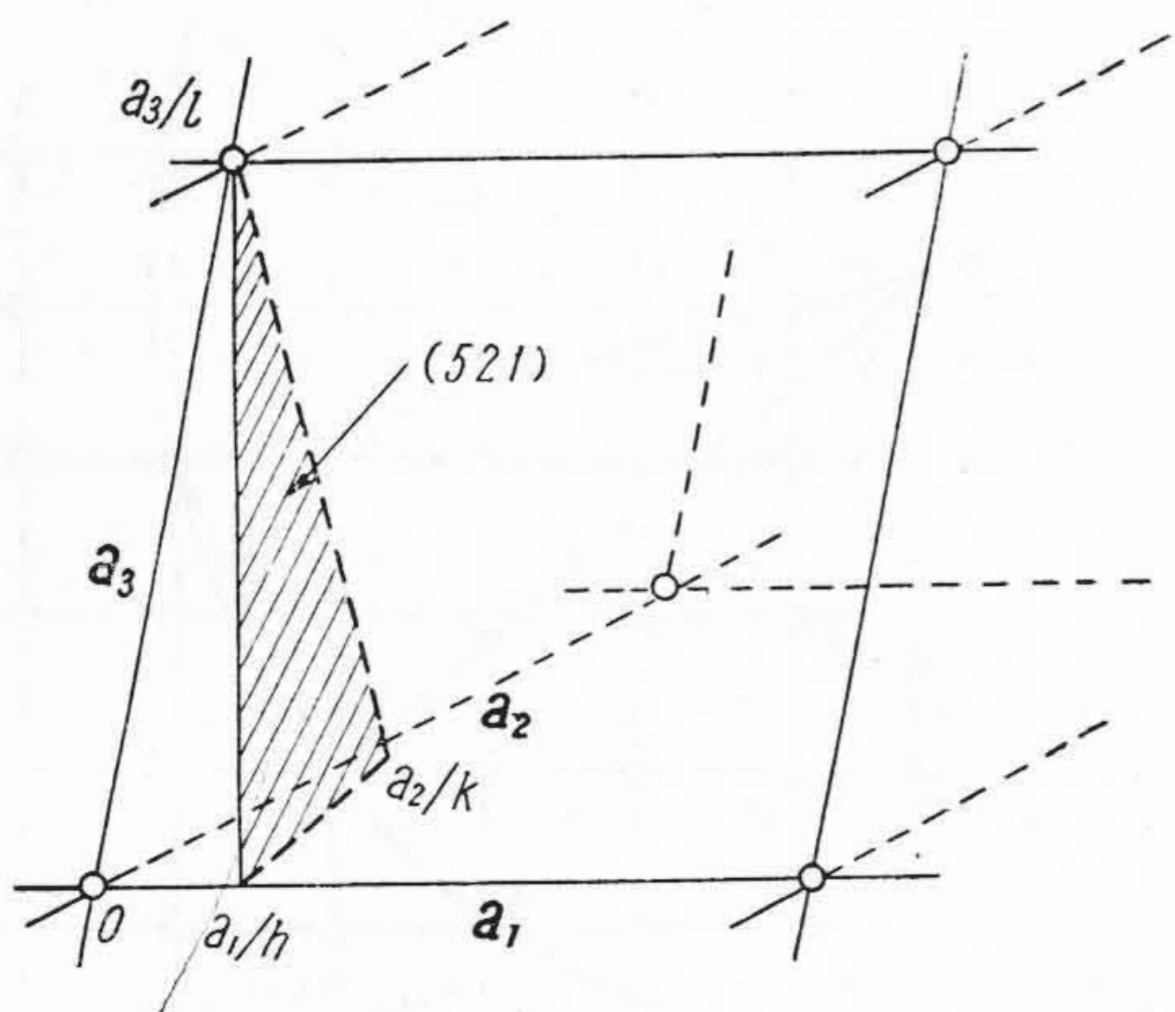
() は二つのベクトルのスカラー積を、[] はベクトル積を表わす。 V は空間格子の単位格子の体積である。そうすると、廻折条件 (1) を満足するときには、 $k - k_0 = R(H_i)$ であることが容易にわかる。ということは、結晶が与えられてその空間格子の逆格子を作つたとき、 $k - k_0$ なるベクトルの終点がこの逆格子のどれかの格子点 $R(H_i)$ に一致すれば廻折が起るといふことであ



第4図 Ewald の作図法
Fig. 4. Ewald's Construction

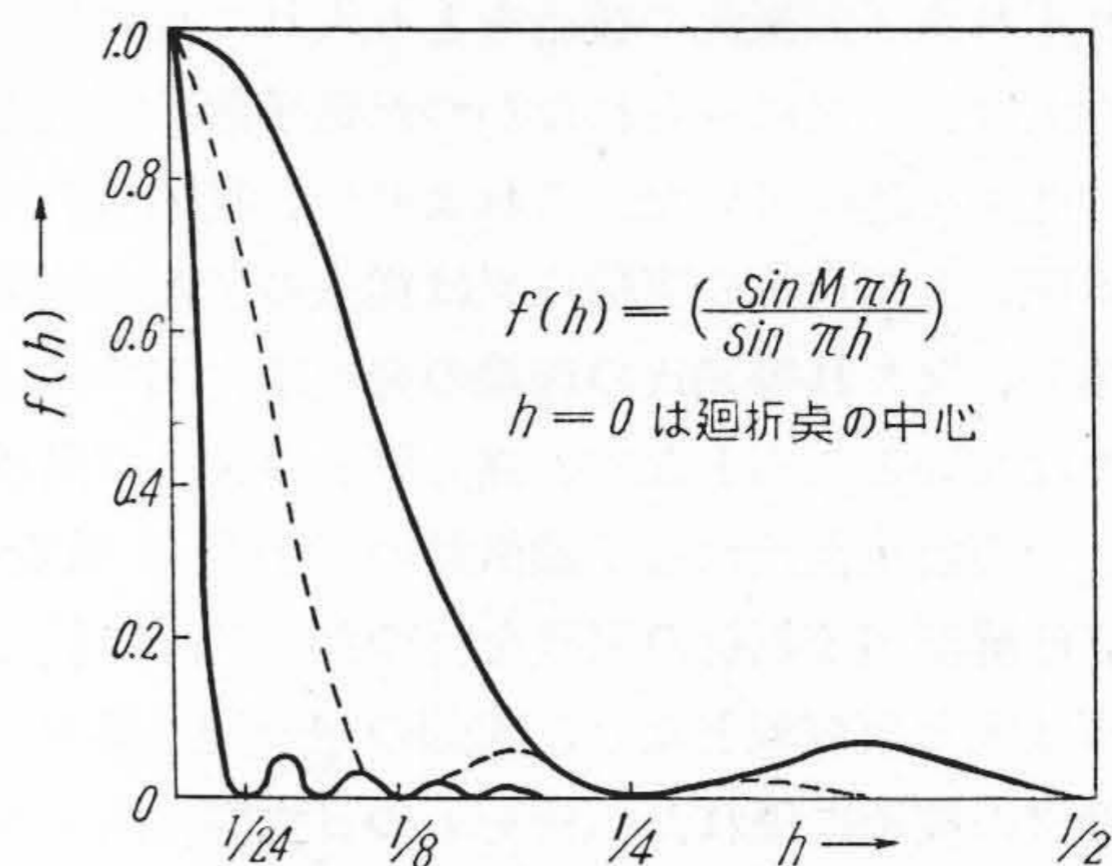
る。念のため蛇足をつけ加えるが、或 k を想定してみて以上のようなならば k なる廻折線は実在するという意味である。ここで k は長さの逆数の次元のもので、 R と同種であることを想起して頂きたい。この法則に基づいて廻折線の方角を幾何学的に求めるのが Ewald の方法であつて、上に述べたように逆格子を作り、その原点から $-k_0$ を作り、その終点 P (換言すれば原点から $1/\lambda$ の長さだけ入射線と逆向きにとつた点で、発散点と呼ばれる。) を中心として $1/\lambda$ の半径で球を作る。この球面が逆格子点のどれかを截れば、 P とその点を結ぶ方向に廻折線が出ることになる。この作図法は廻折現象を直観的に理解するのに便利であるので、電子廻折の議論によく用いられる。(1) 結晶が有限の大きさを持つていること歪、熱振動の影響等は、逆格子点のまわりの散乱域の拡がりとして表わされ、この散乱域の一部が Ewald の球に截られれば、その方向に廻折が起る。いゝ換えれば、廻折線は厳密に Laue 条件により定まる方向に限られるのでなく、結晶状態による拡がりを持つている。

先に廻折条件として Laue の式を挙げたが、空間格子による廻折を論ずるのにもう一つの考え方がある。これは廻折現象を格子面による反射と考えるのである。格子面というのは、格子を截る平面でその上に無数の格子点を載せているものである。一つの格子面には、これに平行な等間隔の無数の格子面を伴う。格子面を指定するには、この種の格子面のうち原点に最も近い面(原点を通る面を除いて)をとり、これが格子の3軸 a_1, a_2, a_3 と交わる点をそれぞれ $a_1/h, a_2/k, a_3/l$ とするとき (hkl) で表わし、この h, k, l をその面の面指数という。単一の格子面による反射は、光が鏡で反射されるのと同じ法則に従い、入射線の方角の如何に拘らず反射が起るが、空間格子の格子面による反射の場合には、多数の平行な格子面による反射波が干渉しあうので、特定の入射角の



第5図 格子面 (h, k, l)

Fig. 5. Illustration of the Lattice Plane



第6図 廻折函数

Fig. 6. The Interference Function

場合だけに反射が起る。その時の波長 λ , 入射角 θ , 格子面間隔 d の関係を示すのが Bragg の条件 $2d \sin \theta = n\lambda$ (n は整数) である。Laue の条件と Bragg の条件は全く等価で、逆格子の格子点 (h_i) は空間格子の格子面 (hkl) に対応する。

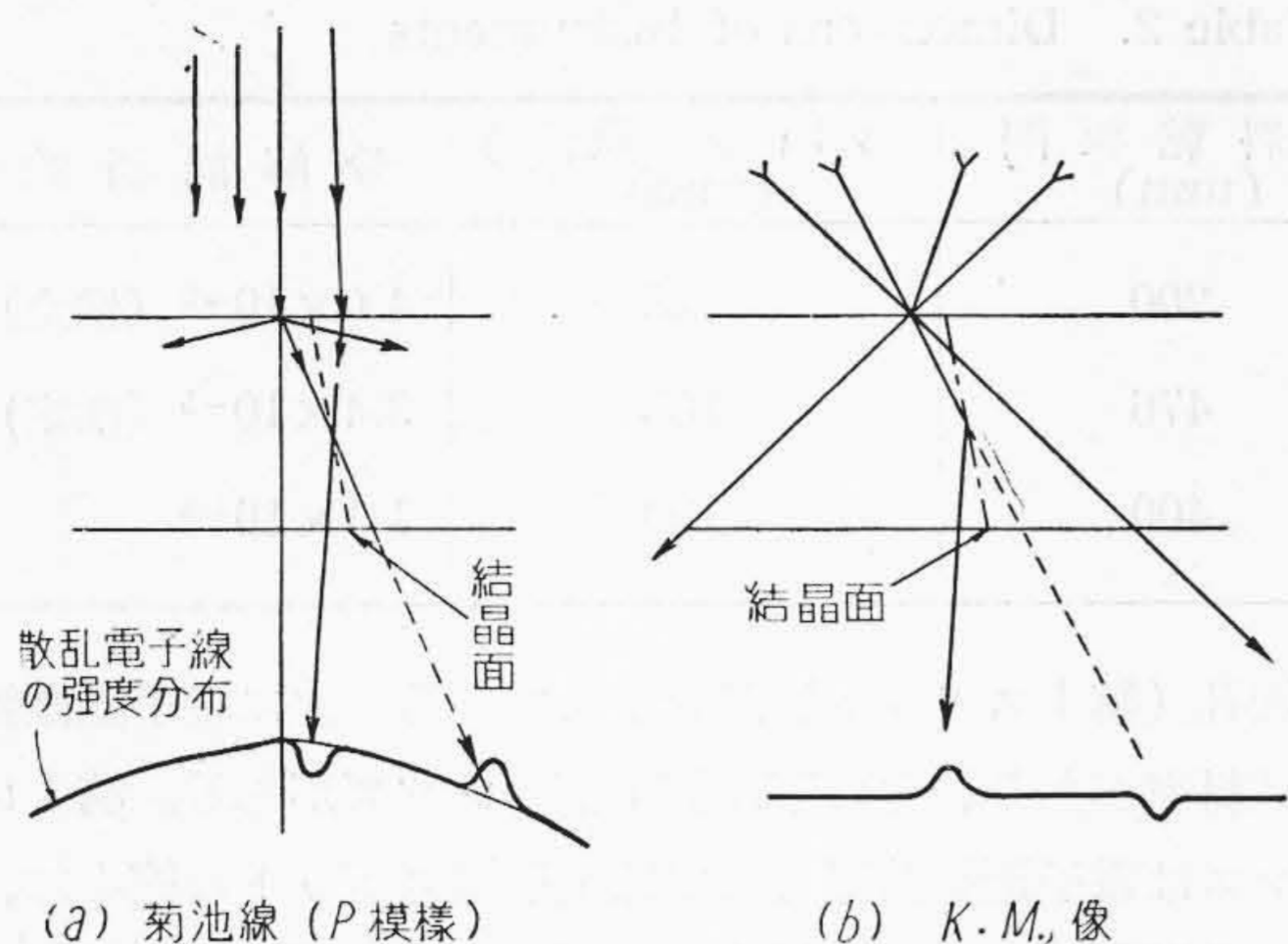
以上の議論では結晶の外形の効果、大きさの影響、界面に於ける屈折効果を見逃しているが、分解能の良い廻折写真にはそれ等が現われている。今 a_1 方向に $M_1 a_1$, a_2 方向に $M_2 a_2$, a_3 方向に $M_3 a_3$ の長さを持つ六面体の結晶を考えると、これによる廻折線の強度は次の式で表わされる。(1)

$$I = I_0 |g|^2 \frac{\sin^2 M_1 \pi h_1}{\sin^2 \pi h_1} \frac{\sin^2 M_2 \pi h_2}{\sin^2 \pi h_2} \frac{\sin^2 M_3 \pi h_3}{\sin^2 \pi h_3}$$

この場合 $(h_1 h_2 h_3)$ で表わされる逆格子の点は、格子点とは限らないから、 h_1, h_2, h_3 は任意の実数である。 g は格子点にある散乱体の散乱能を表わす。この式の中の一つの因子 $f(h) = \sin Mh\pi / \sin \pi h$ を図示すれば、第6図の如くで、これによると、廻折線は Laue 条件で定まる方向(図では $h=0$ に相当する)のまわりに或強度分布で拡がり、しかも近くに弱い別の廻折線(副極大)が幾つか存在することが判る。因みに、入射線、廻折線が逆格子内でベクトルとして表わされていることから判るように、逆格子空間での任意の点 $(h_1 h_2 h_3)$ は普通の空間での或方向に対応する。この副極大を分離して観測するには高い分解能を要する。

界面の屈折の効果は、外形効果と相俟つて廻折像の形に影響し、時には分裂を起したりする。この現象を観測すれば、結晶の内部電位についての知識が得られる。

電子波の廻折では、これ等の外に、二次、三次の廻折波の影響が無視出来ないで、これ迄述べてきた所謂運動学的理論には多少の補正を要し、動力学的理論が必要になつてくる。そして実験的側面からみると、どうしても高分解能装置が入用になる。



第7図 菊池線及び K, M 像説明図
Fig. 7. Illustration of the Kikuchi Line and K, M Pattern

単結晶の電子廻折像には屢々所謂菊池線が現われる。これは入射線が結晶内で非弾性散乱により発散波を生じ、これが結晶面で反射されて生ずる現象であるが、電子レンズによつて収斂した電子線の焦点を結晶に合せると、外部から発散電子線が結晶内にはいることになり、菊池線に似た廻折現象が起り、これには屢々副極大を伴つて観察される。この廻折像を Kossel-Möllenstedt 像、略して K.M. 像と呼ぶ。この現象の研究にもやはり高分解能が要求される。

以上結晶による電子波の廻折現象を略述し、高分解能装置の意義を説いたが次にその装置について記す。

〔III〕 高分解能電子廻折装置

高分解能装置の目標は

1. 分解能を上げる。
2. 微細単結晶に電子線を収束して単結晶廻折像を撮ると共に、K.M. 像を可能にする。
3. 陰影電子顕微鏡像と廻折像が同時に撮れる。

等である。

分解能とはどれ程微小な廻折角差を識別出来るかということで、これは入射電子線の乾板上に於ける直径 a と試料乾板距離 (カメラ距離) L によつて定まる。識別出来る最小の廻折角差を δ とすれば、それに相当する乾板上の長さは $L\delta$ であるから $L\delta \geq a$ でなければならない。故に a/L を分解能の尺度とし、その装置の分解能指数 (Resolving Index) と称する。この値が小さい程分解能が高いわけである。 L を大きく a を小さくすればよいわけであるが、 L は取扱いの都合から略々決つてしまうので、分解能を上げるには専ら a を小さくする必要がある。 a は電子源の次に位する細孔の直径 a_0 と、この細孔を乾板上に写像するレンズの倍率で決る。ところが a_0

の大きさを小さくすることは工作上限度があり、 $0.01\text{mm}\phi$ 程度がその極限である。従つて残る手段としては、レンズの倍率を小さくして (縮小率を大にする)、電子光学的に縮小する方法で、それには2箇以上のレンズを用いる必要がある。第一レンズで著しく縮小し、第二レンズで乾板上に結像させるのである。K.M. 像を撮るには、第二レンズで試料上に結像させればよい。

分散というのは、或面間隔の結晶面による廻折点 (廻折電子線が乾板に当る点) の入射点からの距離の大小である。視野から喰み出さない限りこの距離は大きい方が測定の精度がよい。従つて試料によつて適正な分散値がきまる。分散は専らカメラ距離 L によつてきまるものであるが、機械的な L は大体決つているのであるから、これもやはり電子光学的にレンズで加減するほかはない。

さて目的を達するにはどのような方策をとればよいか判つたが、次に具体的にどのような電子光学系にし、各部分を如何に設計すればよいかという問題になる。そして又、実験能率の点からいえば、真空排気系の良否が死命を制し、電子光学系の精度を確保するためには安定な電源を用い、機械的振動に考慮を払わなければならぬ。

我々が設計をはじめた頃漸く Hillier and Baker⁽³⁾ 及び Picard and Reisner⁽⁴⁾ の論文が手にはいつたので、これを検討することによつて基本方針について確信を強め、いろいろ示唆を受けた。殊に一度実験をやつてみなければ気がつかないであろうような点もあつて、大いに参考になつた。例えば、試料汚染の問題はその一つである。Hillier によれば試料に電子線を集中させると、残留ガスの凝着のために数秒にして汚染を生じ、廻折像が見えなくなる。これを防ぐには試料室に電子銃を設けて、予め試料室内に数百ヴォルトに加速した数ミリアンペアの電子流を注げばよく、これによつて数十分の寿命にすることが出来た。Picard はこれを試料の帯電防止に用いた。この帯電防止装置は最初我国の鴨川氏⁽⁶⁾ が発案して、水晶、硝子の廻折像撮影に成功したのである。鴨川氏は試料面に於ける二次電子収支の均衡から帯電しなくなるものと考えたが、Hillier, Picard 等の実験によれば、試料附近の残留ガスが電離して試料の帯電を中和するものらしい。第2表 (次頁参照) に Hillier, Picard の装置及び我々が当初予定した諸元を掲げる。

この章を終るに当り、三段型電子顕微鏡について一言する。⁽⁷⁾ これは電子顕微鏡の研究者が、電子廻折を巧みにとり入れたもので Boersch の研究に淵源する。電子顕微鏡の対物レンズの後焦点に電子顕微鏡試料の電子廻折像が出来ているので、対物レンズ、投射レンズの中間にもう一つレンズを入れ、その焦点距離を変えることに

第2表. 装置の諸元 Table 2. Dimensions of Instruments

	細孔第1レンズ間 (mm)	第1レンズ第2レ ンズ間 (mm)	試料乾板間 (mm)	第2レンズ試料間 (mm)	分解能指数
Hillier	200	100	200	25	4.0×10^{-5} (推定)
Picard	133	66	476	105	3.4×10^{-5} (推定)
試作	200	250	400	100	1.1×10^{-5}

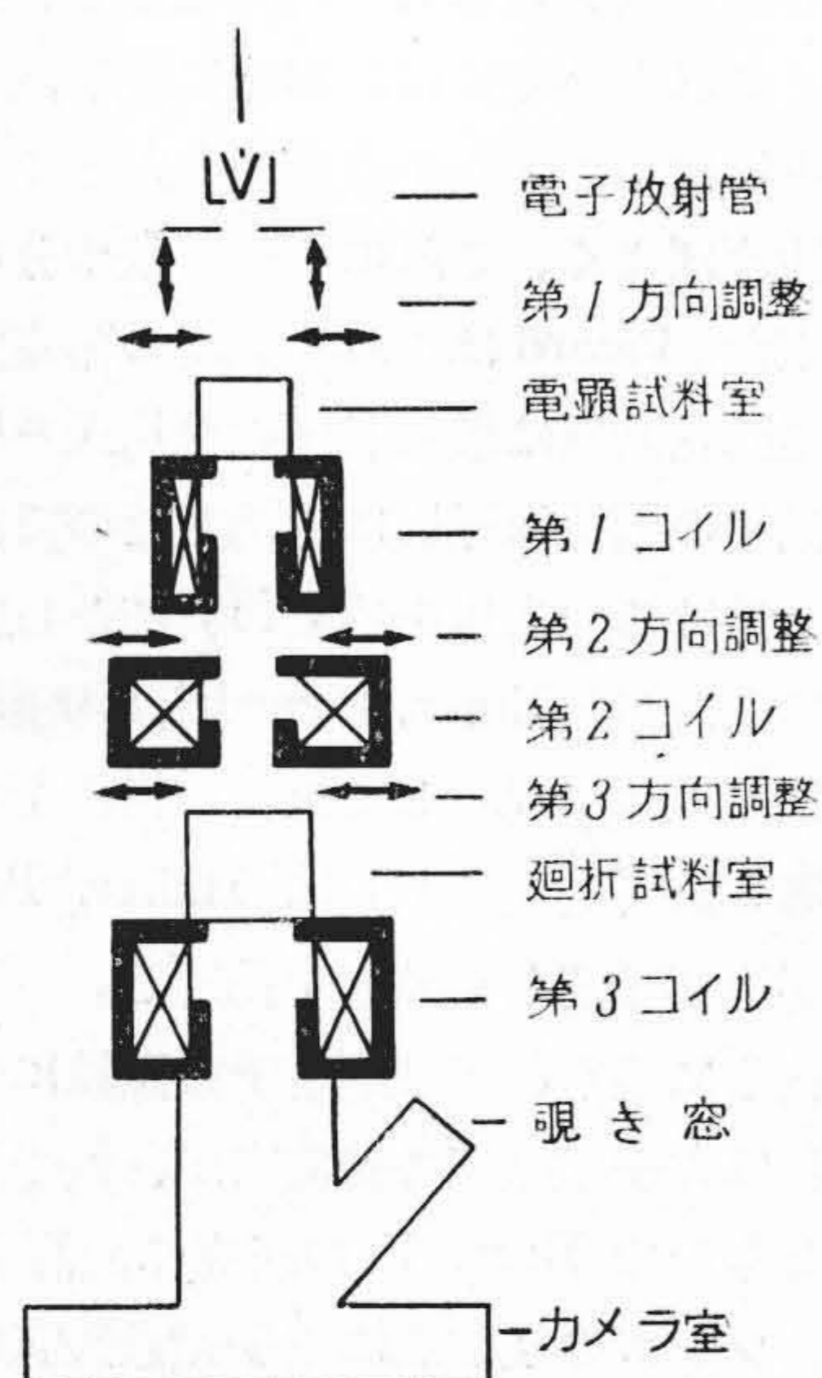
よつて、対物レンズによる第1段拡大像にピントを合せるか或は廻折像にピントを合せるかによつて、電子顕微鏡像を見たり、同視野の電子廻折像を見たりするものである。この装置については当研究所の小泉氏の論文が応用物理学誌上⁽⁸⁾に発表されているし、いづれこの誌上にも紹介されると思うのでこゝでは詳しい議論を省く。

〔IV〕 試作装置について

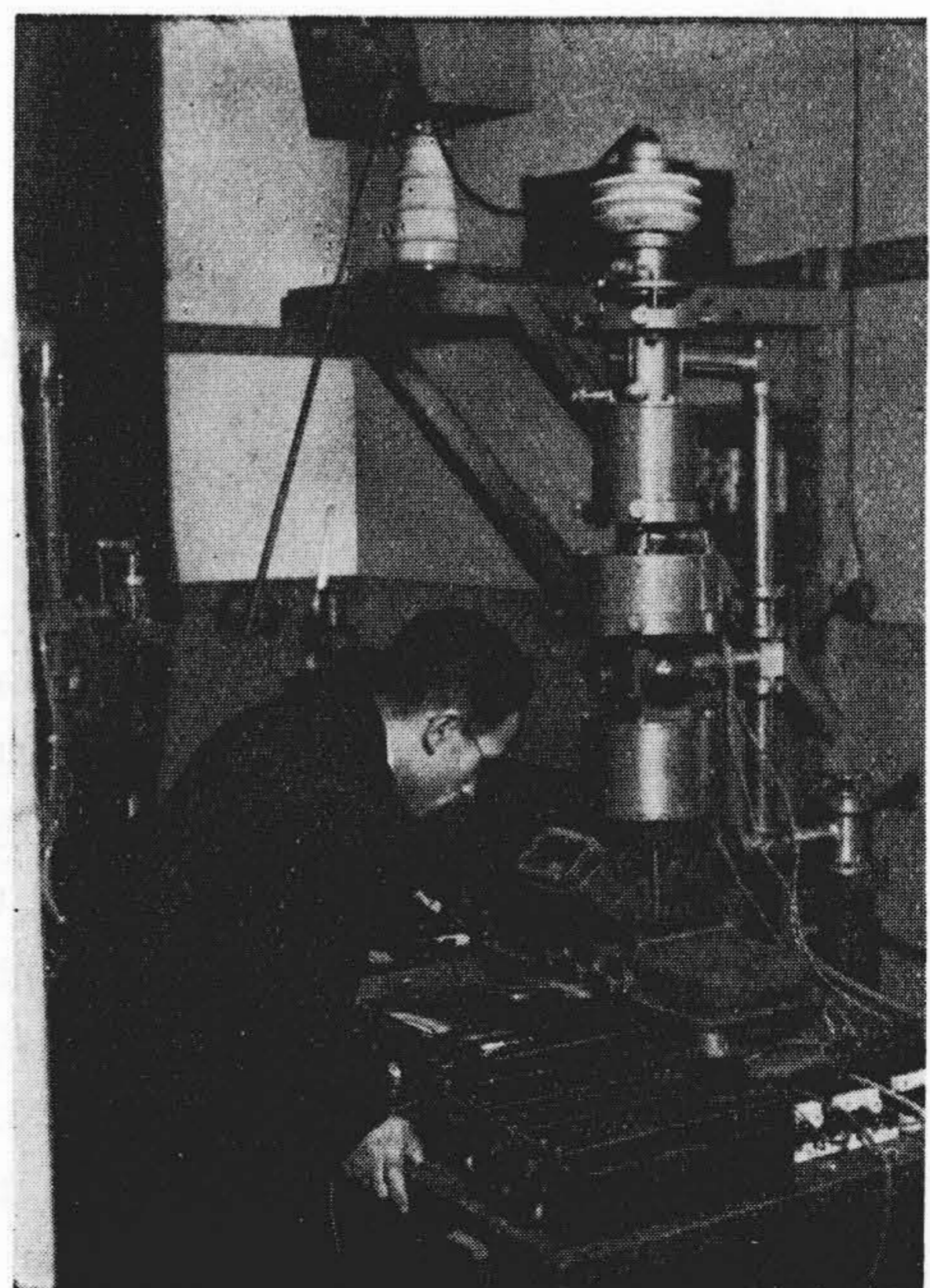
前章に挙げた種々の機能を実現するために、いろいろの角度から検討した結果、第2表に示した諸元をとり、第8図のような機構にした。第9図に外観写真を示す。電源部はすべて電子顕微鏡電源で必要且つ十分であるので日立電子顕微鏡製品の方式をそのまま採用した。よつてこゝでは主として装置本体について述べる。尚附言するが、設計進行中に三段型電子顕微鏡の機構を知つたので、その機能をも果し得るようにした。装置は、全長約122 cmの縦型で、装置の概要を説明すれば最上部に電子線発射部がある。これは熱陰極により電子線を発生し、50 kV程度に加速し、加速された電子線の方向を適当に調整する部分である。この中には電子廻折装置としての

細孔(第1スリット)が含まれている。次に電子顕微鏡試料室があり、その下に第1第2レンズがある。第1レンズは電子廻折装置としては電子線スポットの縮小に、電子顕微鏡としては対物レンズとして作用する。第2レンズは電子廻折装置として第1レンズで縮小されたスポットを乾板上に結像し、3段レンズ系電子顕微鏡の中間レンズとして働く。第1レンズ第2レンズの間には3段レンズ系電子顕微鏡のための第2スリット(視野絞り)がある。これ等のレンズ系の下に電子廻折試料室があり、次に第3レンズがあつて、電子廻折としては有効カメラ距離を可変に、電子顕微鏡の投射レンズとして使用する。第3レンズの下方は終像の覗き窓を持ち、蛍光板、マスク、乾板ケース等を含んだカメラ部がある。

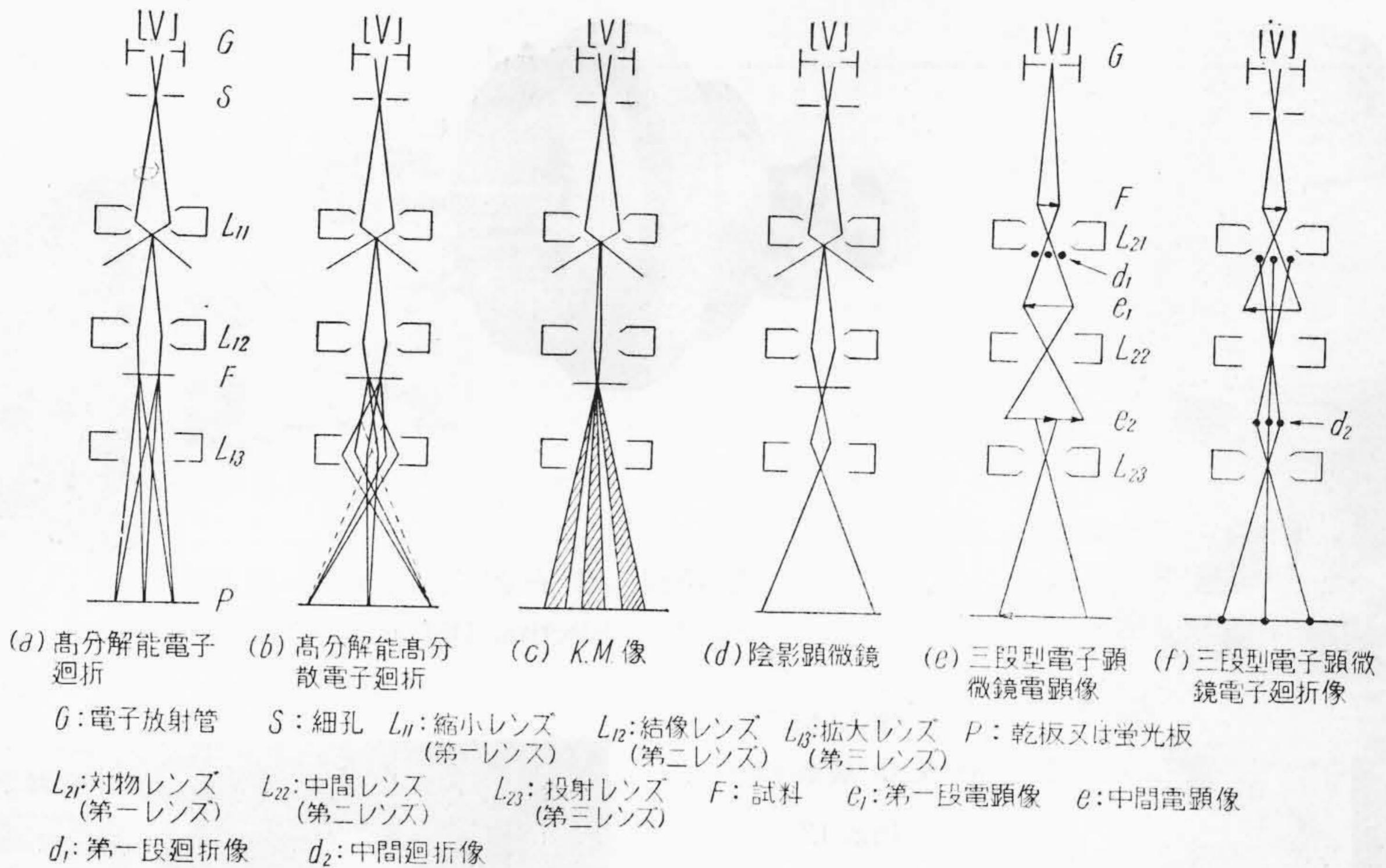
以上は本体の概略であるが、この内部を 10^{-4} mmHg程度の真空度に保持するための真空排気系が必要で、装置の背部の3箇所から排気して、所要の真空度に保つている。



第8図 試作装置の概要 Fig. 8. Diagram of the Apparatus



第9図 装置の外観 Fig. 9. View of the Camera



第10図 高分解能電子廻折装置のいろいろの使い方

Fig. 10. Operational Features of the High Resolution Camera

この装置の光学系のいろいろの使い方を示したのが第10図である。この図を前章を参照しながら読めば了解出来ると思うが、次に多少説明を加える。

(a) は高分解能電子廻折の場合で、第1レンズ L_{11} で S による電子線スポットを縮小し、その縮小像を第2レンズ L_{12} で乾板上に結像している。乾板上でのスポット径は $3\sim 4\mu$ に達し、従来の装置の約20倍の分解能になる。

(b) は分散可変の場合で、 F と L_{13} の間に F の廻折像を結ばせ、それを L_{13} によつて乾板上に拡大する。第3レンズの焦点距離を変え、それに従つて第2レンズの焦点距離を定めれば、有効カメラ距離を広範囲に変え、格子常数の大きい結晶の解析精度を上げることが出来る。

(c) は収斂電子線による廻折の場合で、第2レンズで廻折試料面に焦点を合せて $K.M.$ 像を撮る。試料面での電子線径は $0.2\sim 0.3\mu$ になる。

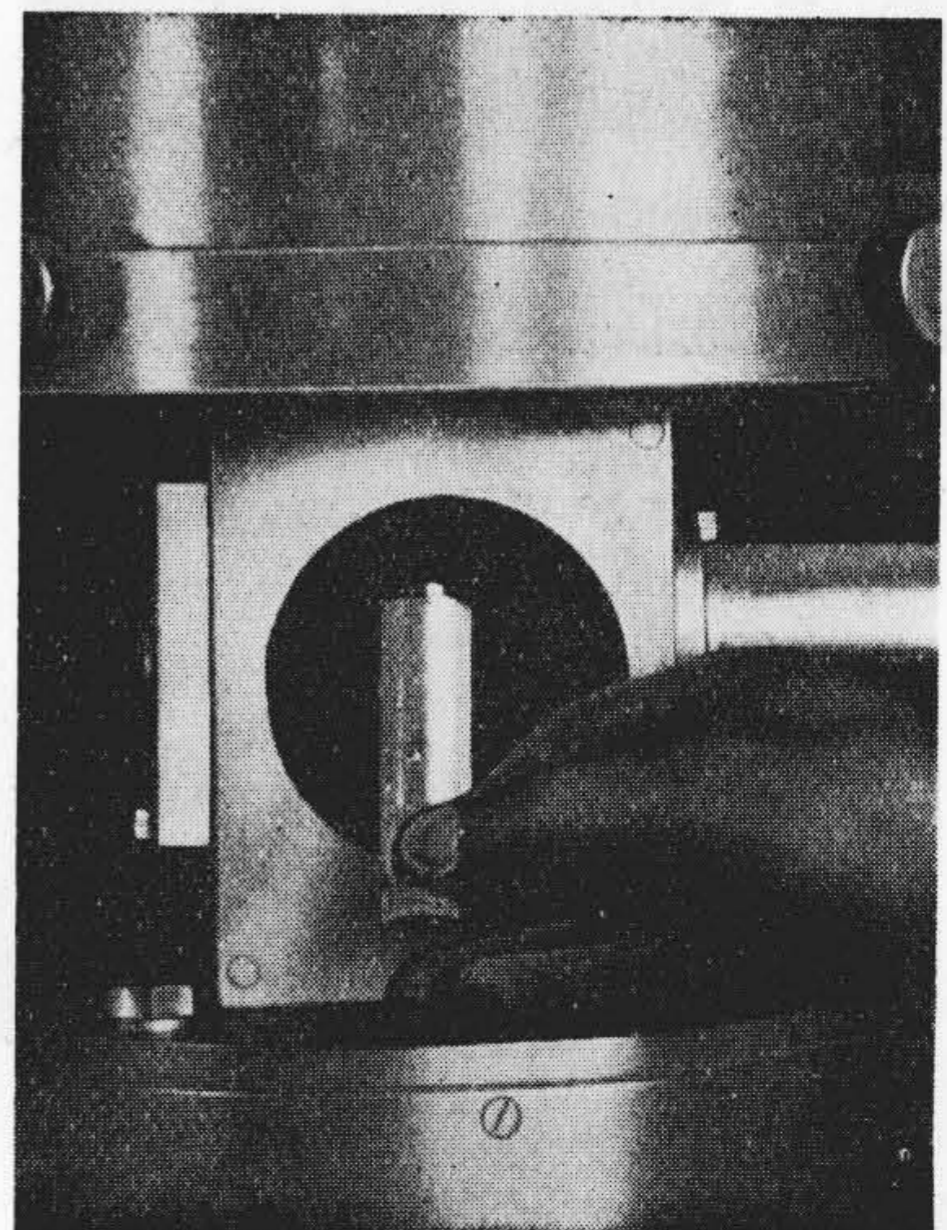
(d) は陰影顕微鏡の場合で、第2レンズで廻折試料面の極く近くに焦点を合せ、廻折試料の照射面積を小さくし、その中に1箇の結晶粒を捕え、その投影拡大像と共に単結晶電子廻折像が得られる。外形の拡大に注目すれば電子顕微鏡であり、廻折に重点をおけば顕微廻折である。この使い方では、どちらも分解能が落ちる。

(e) は3レンズを使用して、広範囲の倍率で普通の電子顕微鏡像が得られる。

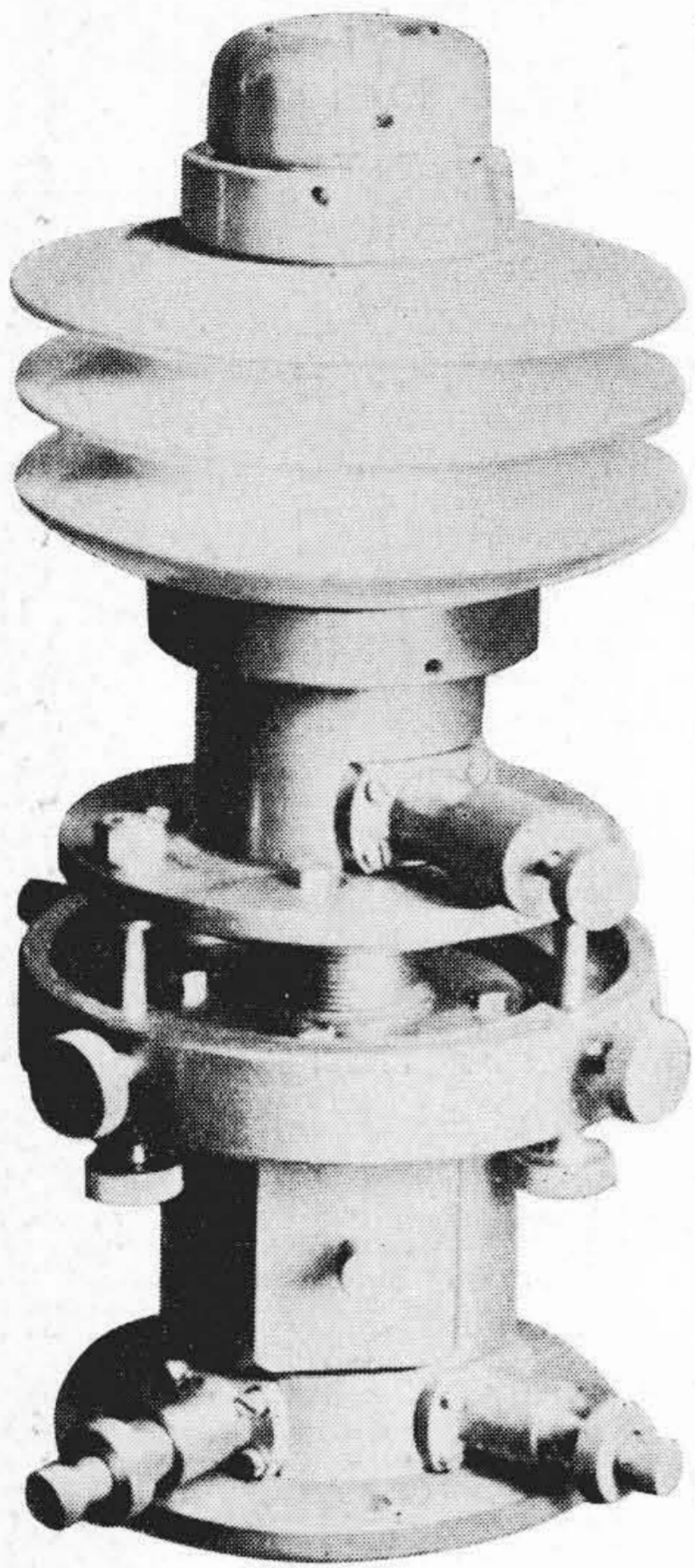
(f) は第1レンズ L_{21} の後焦点に結像した廻折像を第2レンズ L_{22} で第3レンズ L_{23} の前に写像し、 L_{23} でそ

れを乾板上に拡大するものである。この際第1レンズによる第1段顕微鏡像の位置に視野絞り(第2スリット)をおけば、その視野内の部分の廻折像が撮れる。この装置では第1スリットを備え、電子源と電子顕微鏡試料位置が離れているので、普通の電子顕微鏡でこの操作をするときよりも分解能がよい。

これ等のいろいろの機能を果すにはコイルの電流範囲を広汎に変えるのみならず、レンズのポールピース及び絞りを交換する必要がある。そこで装置を些かも解体することなく、調整されたまゝに保持し、レンズだけを交換出来るように設計した。

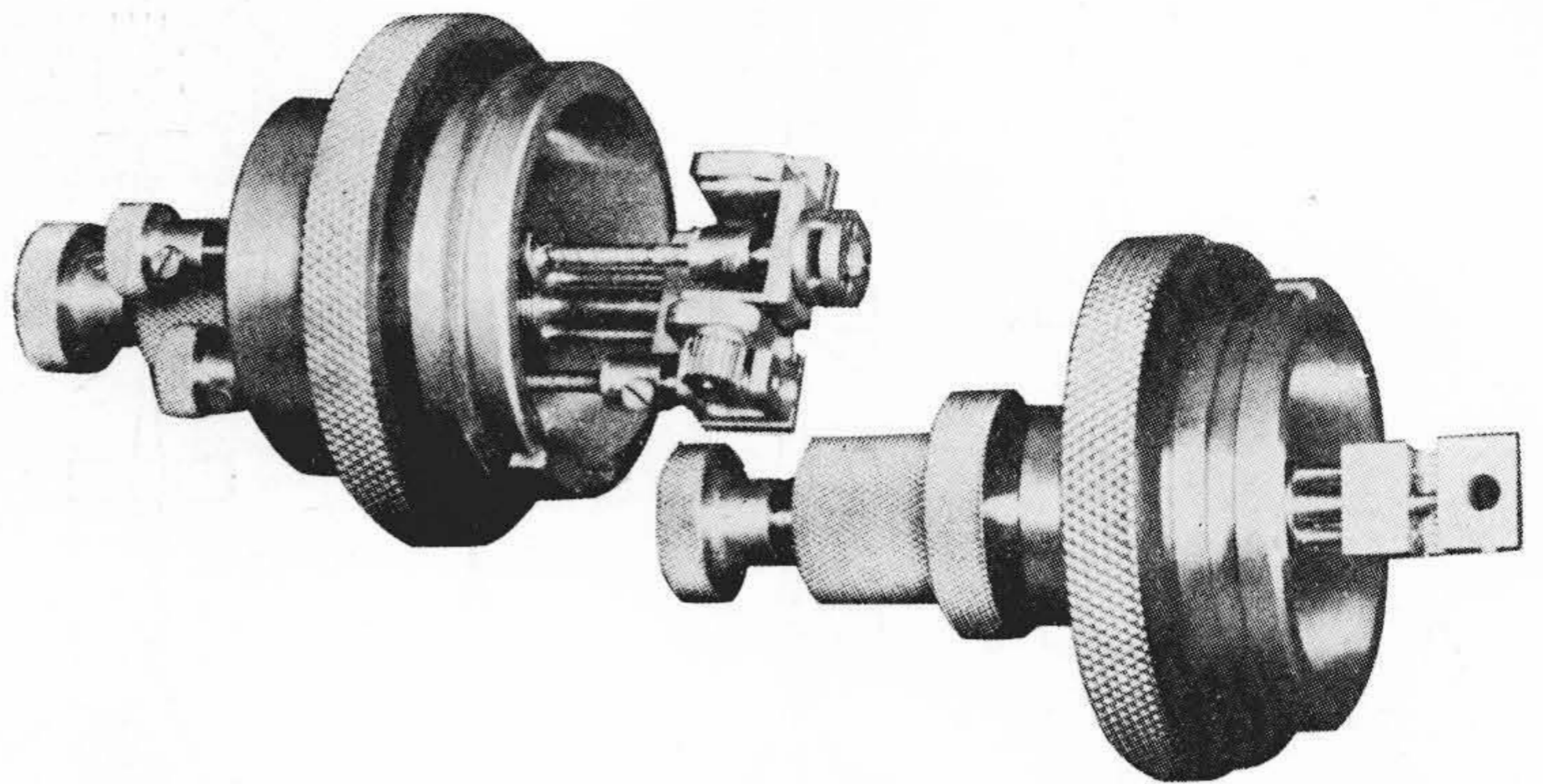


第11図 第2スリットの入換
Fig. 11. Exchange of the Second Slit

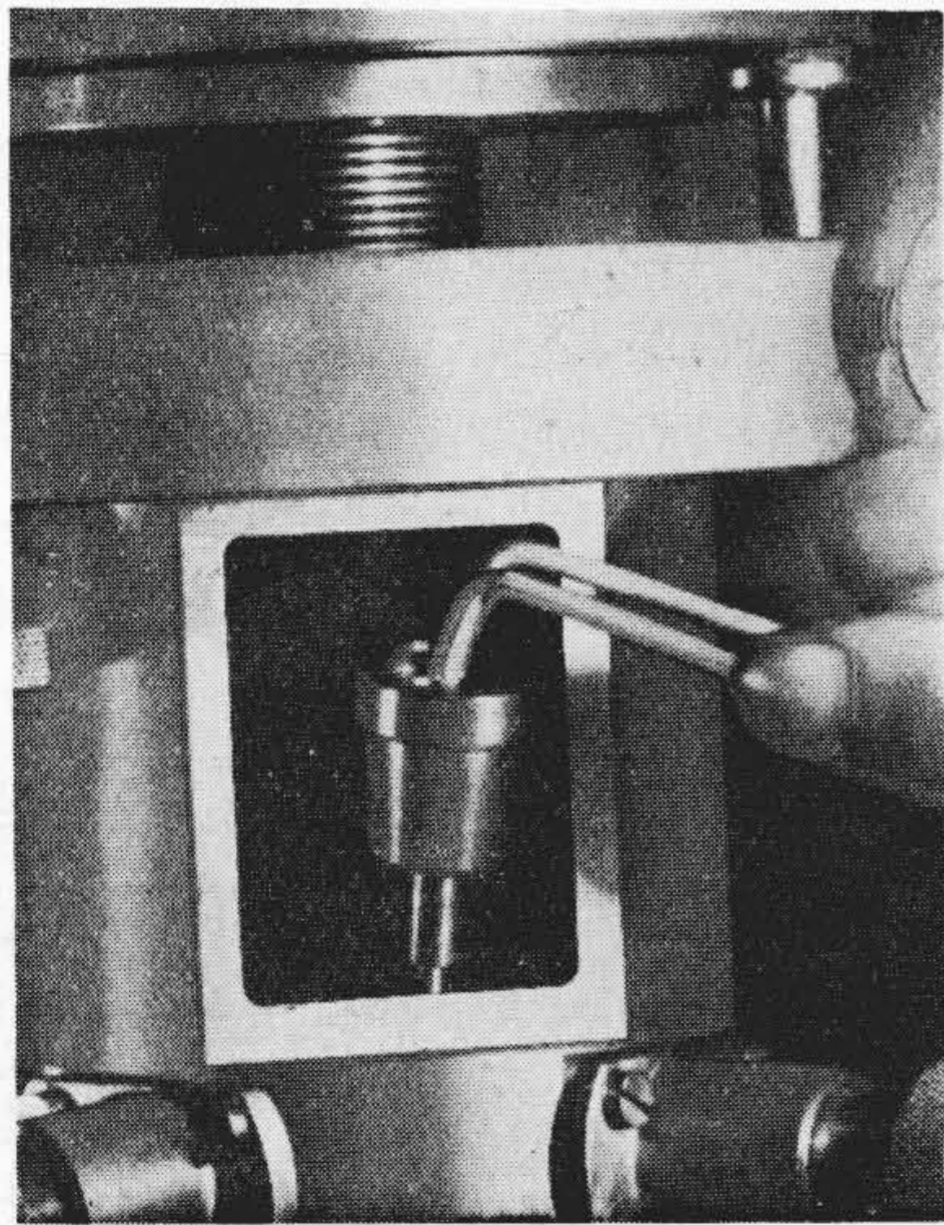


← 第12図
電子源及び電顕試料室

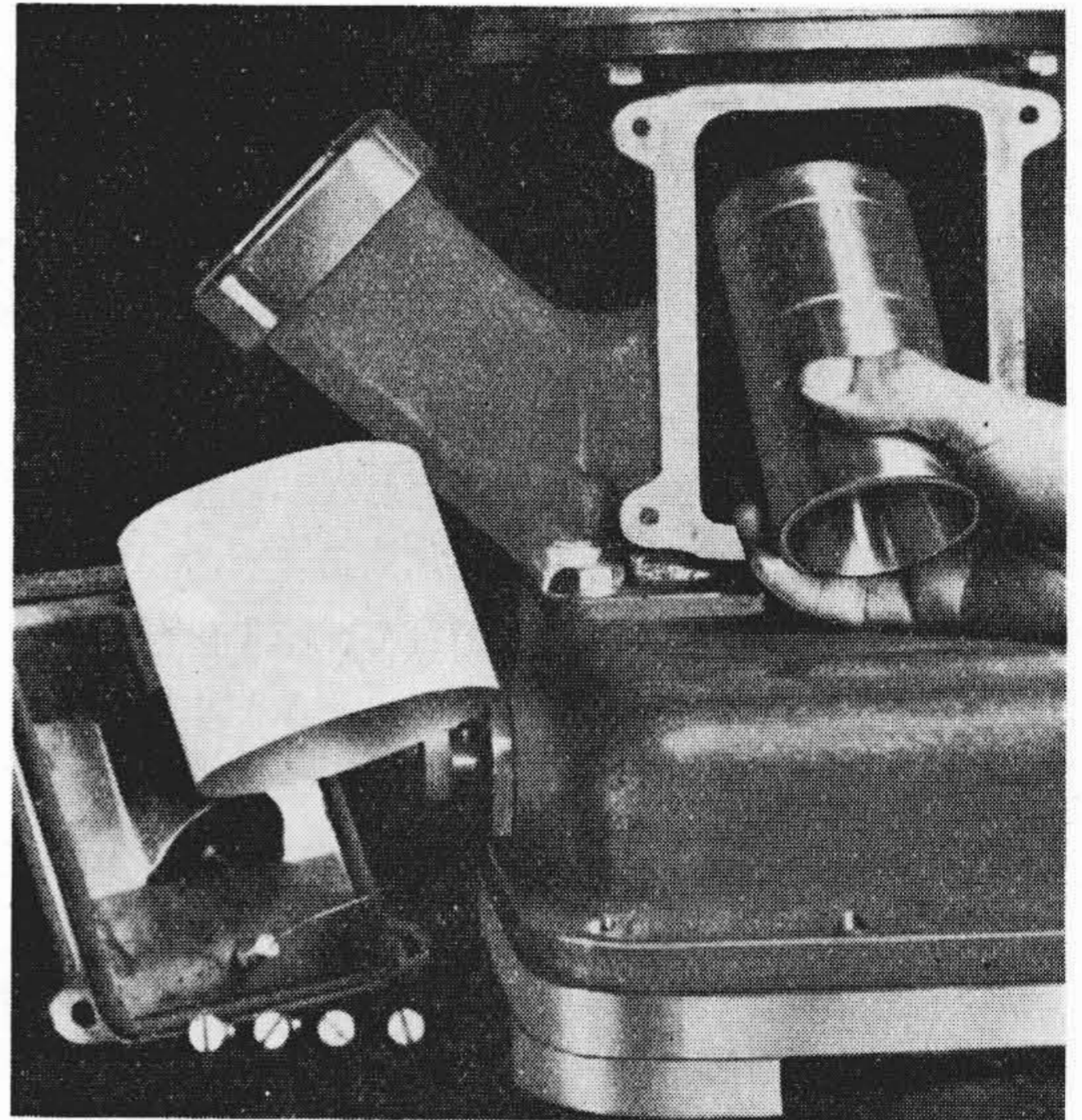
Fig. 12.
Electron Source and Specimen-
Chamber for Electron Micro-
scopic Operation



第15図 電子廻析試料保持器
Fig. 15. Electron Diffraction Specimen Holder



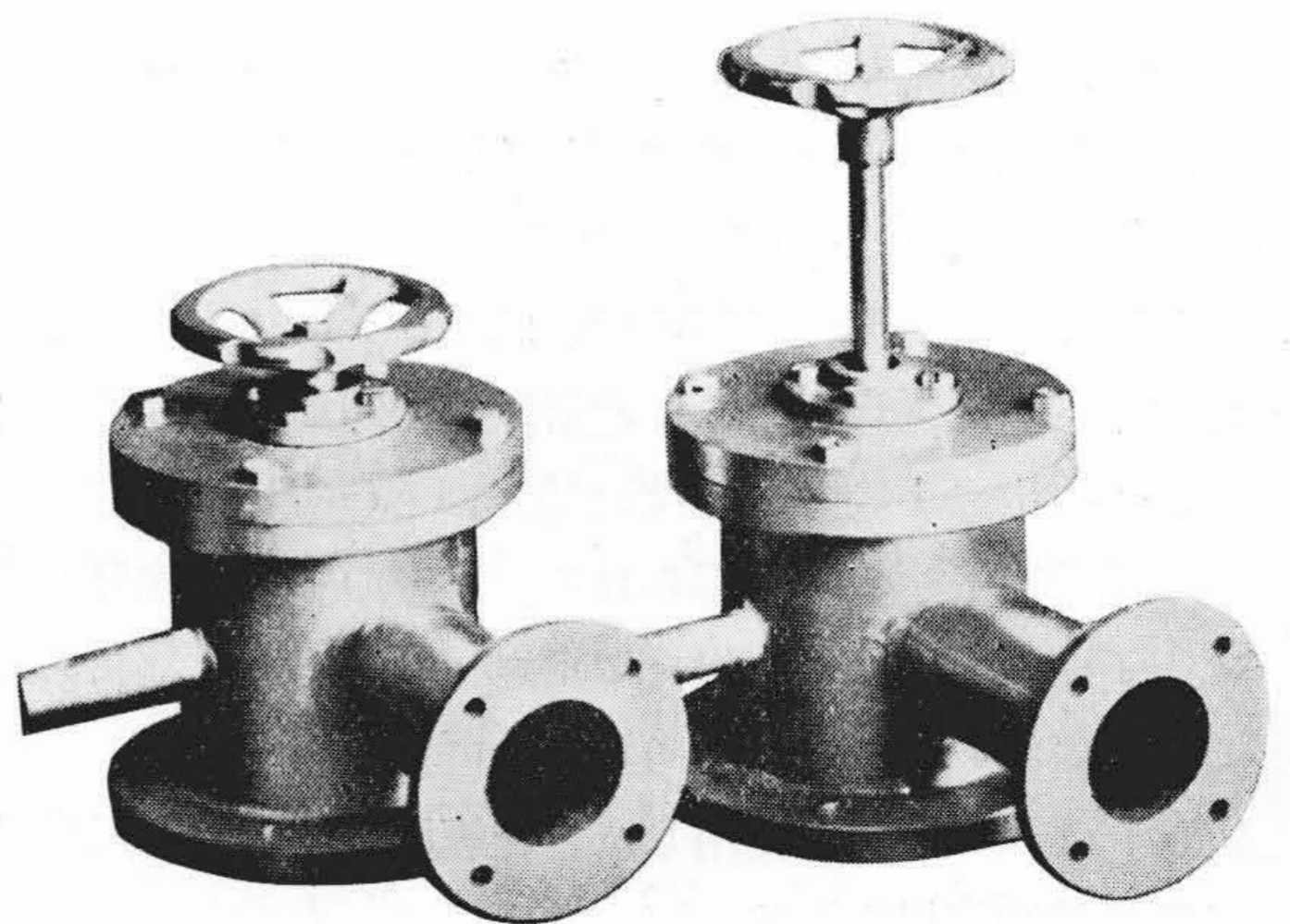
第13図 試料の交換
Fig. 13. Exchange of the Specimen for the
Electron Microscopic Operation



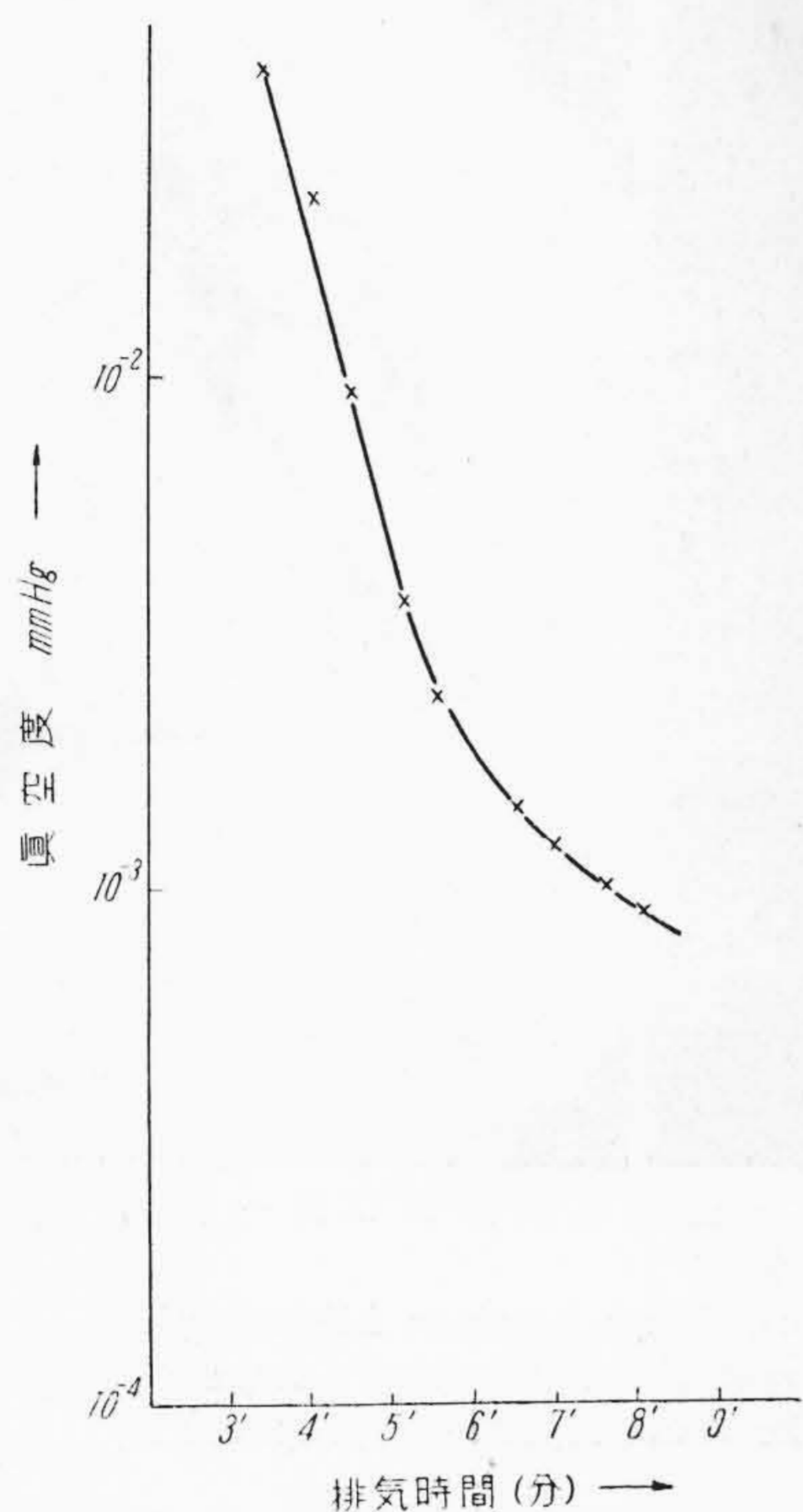
第16図 第3レンズの交換
Fig. 16. Exchange of the Third Lens



第14図 低速電子銃
Fig. 14. Spray Gun



第17図 真空バルブ
Fig. 17. Valve of Evacuation Piping

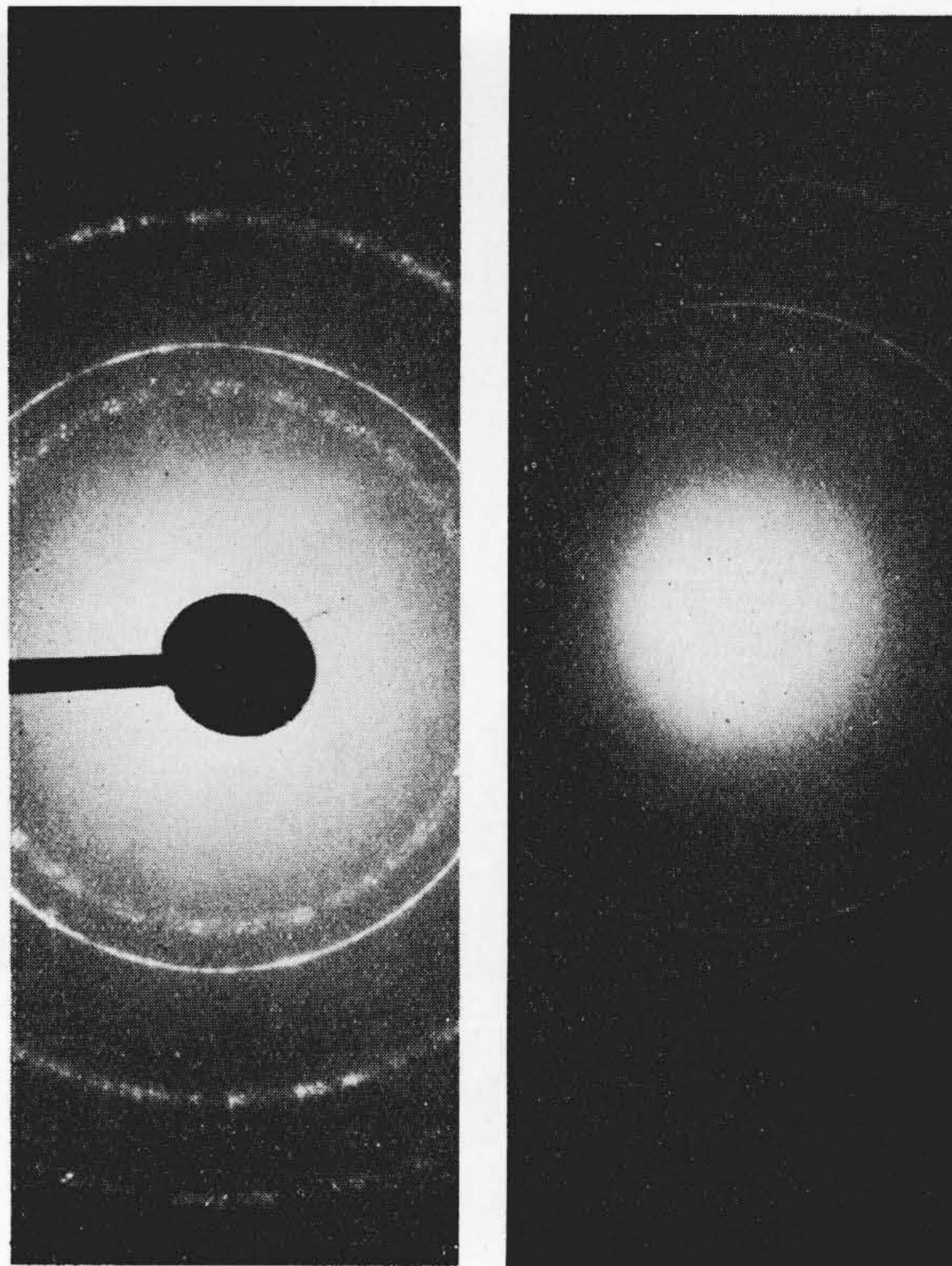


第18図 試料交換時の真空排気曲線
Fig. 18. Evacuation Curve after the Specimen Exchange

スリットの調整、試料の位置及び角度の調整、蛍光板、マスク、乾板、ケースの移動はすべて真空内の装置を真空外から操作するのであるが、ゴムシールを用いて、真空保持の点からも、運動の円滑さの点からも良い結果を得た。電子顕微鏡試料位置の調整には、日立製作所の小型電子顕微鏡に用いられている方式を採用した。電子廻折試料調整にはゴムシールを用いた独特の方式により、前後左右の水平移動及び試料の中心を通る直交3軸のまわりが自由に円滑に出来るようになっていた。

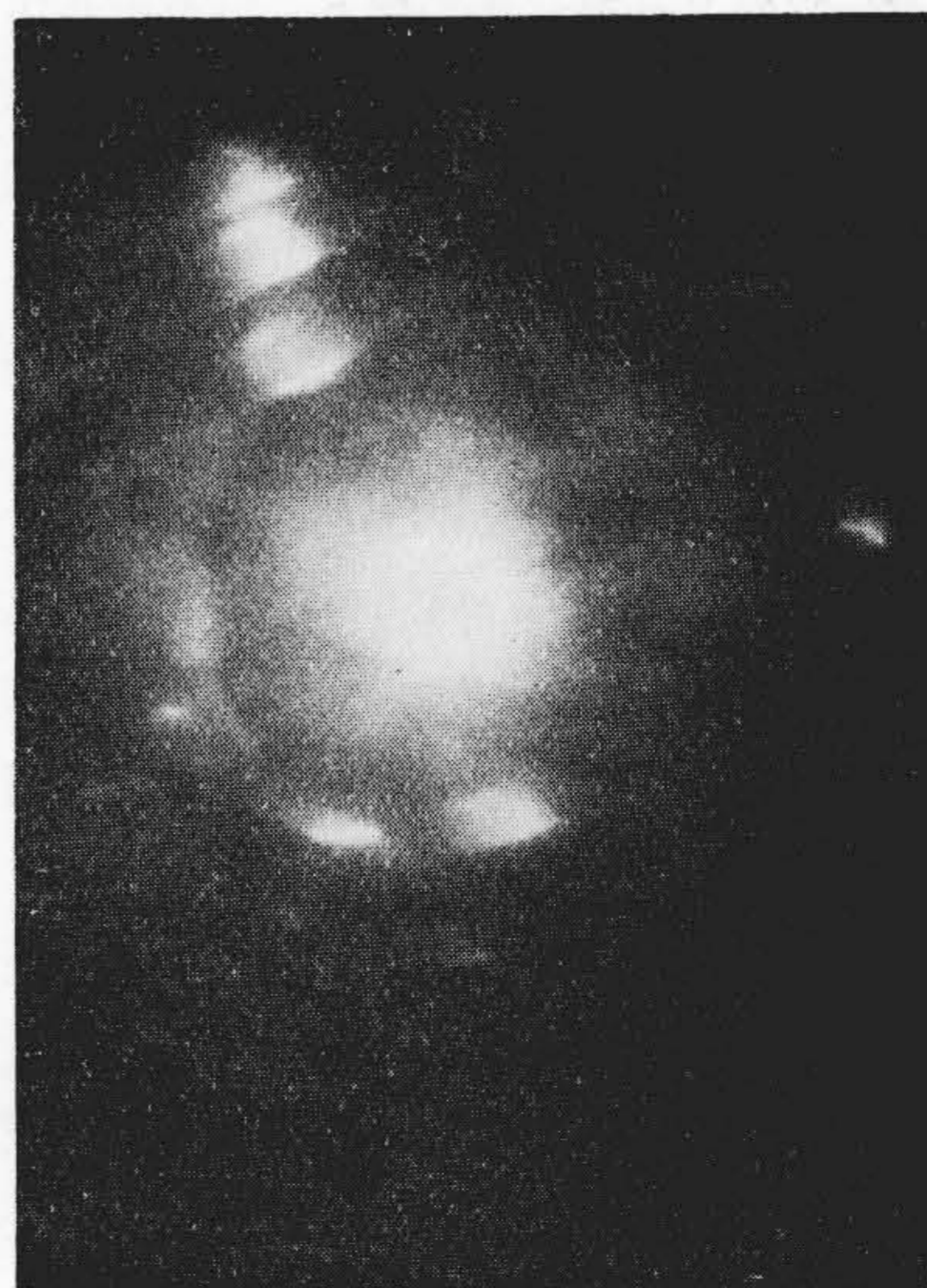
真空排気系としては、従来の大型電子顕微鏡と同じものを用いた。第18図は試料交換時の排気曲線で、大体7 min で使用真空度になる。予備排気は3 min である。測定にはフィリップス真空計を用いた。

この試作装置が完成して以来、性能試験を続けているが、機能が多岐にわたるため、全部を終るまでに至っていない。しかし今迄に得られた実験結果では十分所期の目的を達していることを認めた。例えば分解能指数として実測の結果 1.1×10^{-5} の値を得た。これは第1スリットとして、 $0.13 \text{ mm}\phi$ を用いた場合で、この値はもつと向上する余地がある。第22図以下に各種の使い方で一通り撮つてみた写真を掲げる。これ等は一つ一つが今後の研究課題であつて、今後の実験に俟つものである。

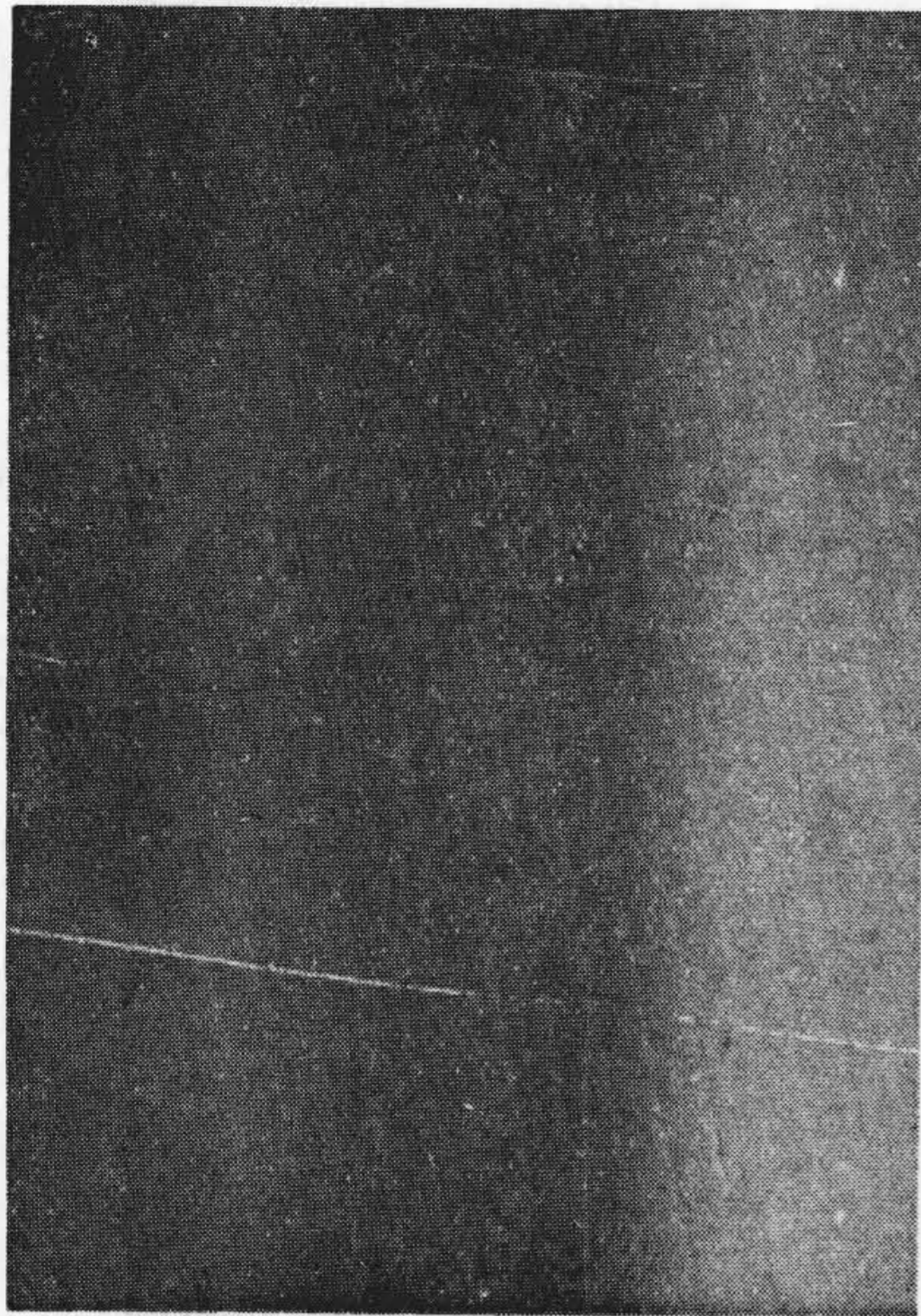


第19図 MgO の廻折写真(左)従来の装置による。(右)高分解能カメラによる。試料が異なるので、分裂像の比較は出来ないが非分裂環の細さで比較出来る。

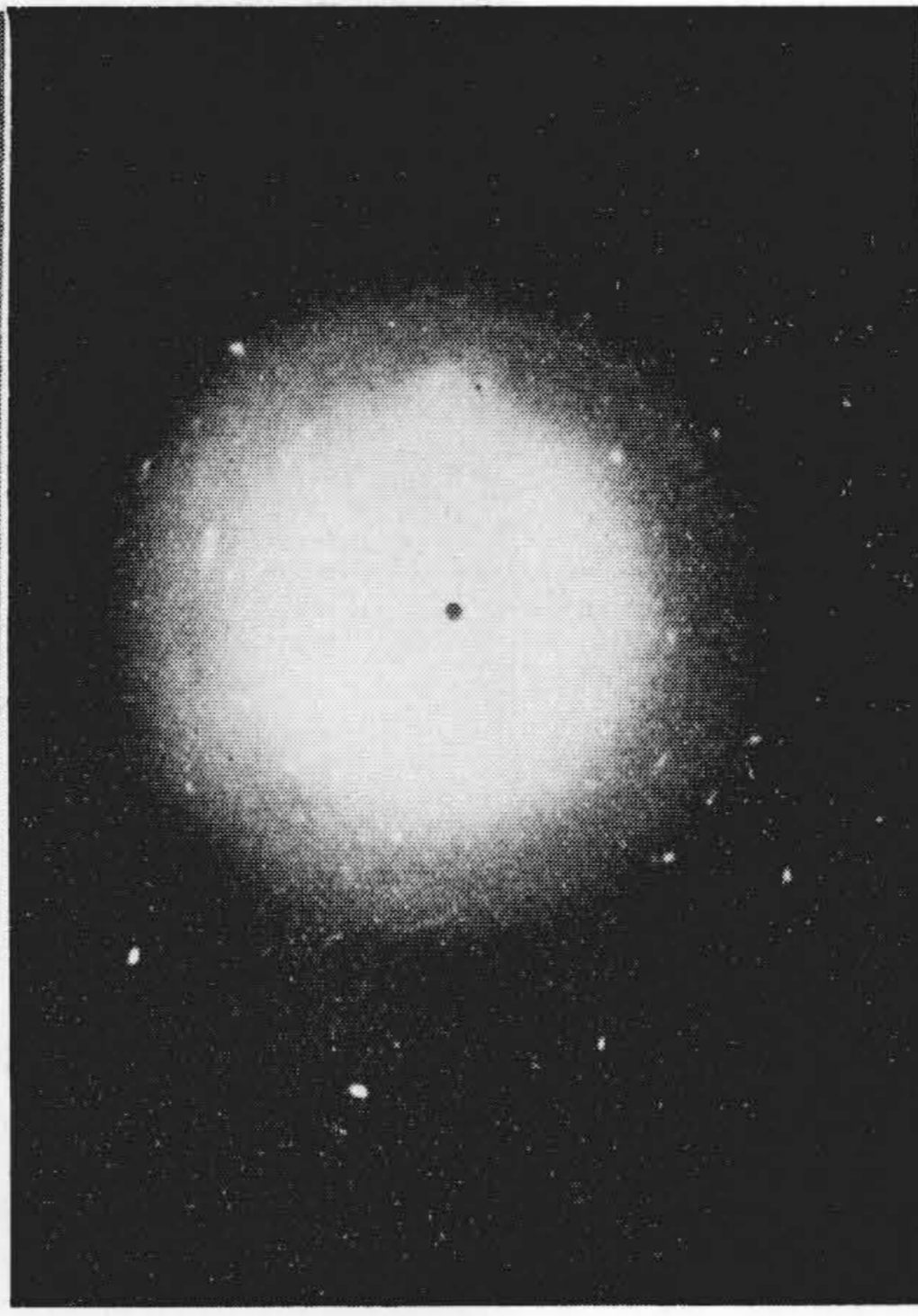
Fig. 19. Diffraction Pattern of MgO, (left) with an Usual Apparatus, (right) with the High Resolution Camera. Compare the two in regard to the Sharpness of an Unsplit Lines



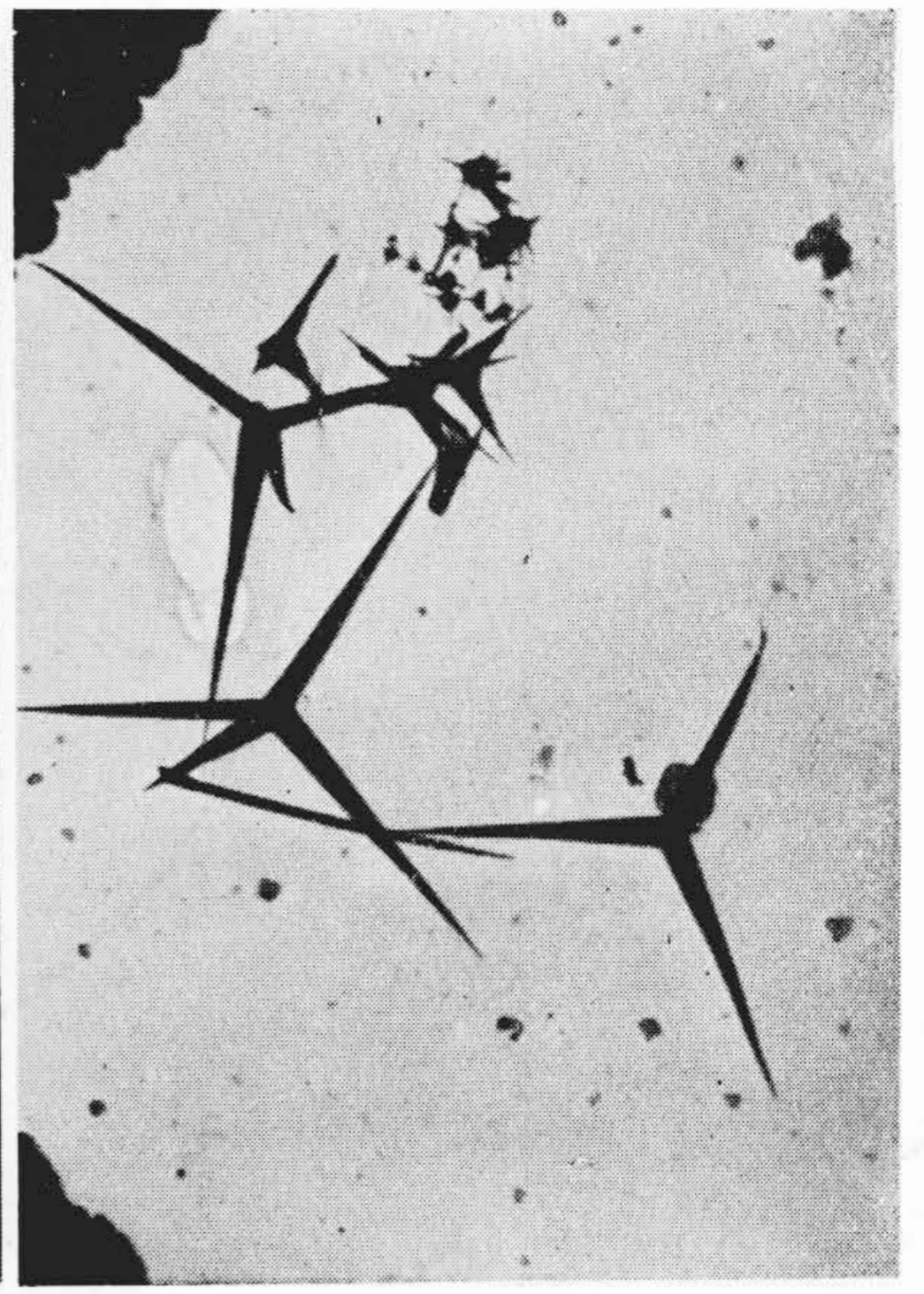
第20図 雲母の K. M. 像
Fig. 20. K. M. Pattern of Mica



第21図 グレーティングリプリカの陰影顕微鏡像 間隔 1.7μ
Fig. 21. Shadow Microscopic Image of the Grating Replica (Spacing 1.7μ)



第22図 ZnOの三段型電顕像及び同一視野の廻折像
Fig. 22. The Three Stage Electron Microscopic Image and the Diffraction Image of ZnO (the same region of specimen)



〔V〕 結 言

我々よりも一步を先んじた欧米ではこの装置を用いた研究成果が現われはじめています。オーストラリアの Cowley, Rees and Spink⁽⁹⁾ は彼等の作った高分解能カメラで亜鉛の煙の微細構造を調べて特異な廻折現象を研究した。

米国の R.C.A. の Davidson and Hillier⁽¹⁰⁾ は Hillier の装置で微細単結晶の廻折像を撮り、結晶解析方法に一段の進歩をもたらした。又スイスの Hoerni⁽¹¹⁾ は K.M. 像を詳細に解析し、グラファイトの特異構造を調べた。

この試作研究は名古屋大学理学部上田研究室、東京工業大学三宅研究室、日立中央研究所(明山主任研究員)の三者共同研究(代表者、上田)で、電子廻折の面での設計の大綱は両大学研究室の指導により、電子光学的の具体的設計は、日立製作所中央研究所の電子顕微鏡研究室(只野主任研究員)に教えられた。この共同研究に対しては、昭和26年度朝日科学奨励金及び文部省科学研究費が与えられた。

稿を終るに臨み、懇切に御指導下さった名古屋大学上田教授とその研究室、東京工業大学三宅研究室殊に本庄助教授、日立製作所中央研究所只野、明山両主任研究員、この試作研究を許され又激励を賜った鳥山前所長、浜田、湯本両部長、上長として細大となく御配慮下さった河合主任研究員、完成以来その後の研究に鞭撻を賜っている

菊田所長、豊田副所長に深甚の感謝の意を表して筆を措く。

参 考 文 献

- (1) 上田良二： 粒子線廻折 (朝倉書店)
- (2) 本庄五郎： 実験技術 (上) (朝倉書店)
- (3) James Hillier and R. F. Baker: Journal of Applied Physics Vol. 17 12 (1946)
- (4) Robert G. Picard, Perry C. Smith and John H. Reisner: Journal of Applied Physics Vol. 20 601 (1949)
- (5) H. Raether: Elektronen interferenzen und ihr Anwendung, Ergebnisse der exakten Naturwissenschaften, Bd XXIV, 1936
- (6) 鴨川浩： 物理学講演集 (4) (丸善) 267 頁
- (7) M.E. Haine, R. S. Page and R. G. Garett: Journal of Applied Physics Vol. 21 173 (1950)
- (8) 小泉喜八郎： 応用物理 第 21 卷 172 頁 (1952)
- (9) J. M. Cowley, A. L. G. Rees and J. A. Spink: Proceeding of the Physical Society (London) Vol. 64 638 (1951)
- (10) Norman Davidson and James Hillier: Journal of Applied Physics Vol. 18 499 (1947)
- (11) Jean Hoerni: Helvetica Physica Acta Vol. 23 587 (1950)