

日立 HM-3 形 卓 上 用 電 子 顕 微 鏡

Hitachi Type HM-3 Desk Electron Microscope

菊 池 嘉 夫* 木 村 博 **

Yoshio Kikuchi

Hirokazu Kimura

内 容 梗 概

電子顕微鏡の電子レンズの励磁に永久磁石を使用すれば、励磁電源を必要とせず、装置が簡単になるとともに、保守操作が容易になる。しかもその高度の安定性から常時高い分解能が期待できる。日立 HM-3 形電子顕微鏡は対物、中間および投射の 3 段レンズ系で構成され、中間レンズを除き対物および投射レンズは 1 個の円筒形永久磁石で並列に励磁されている。中間レンズは永久磁石の励磁回路中に設けられた小コイルにより励磁され、縮少レンズとしてのみ使用される。加速電圧は 40 kV で、分解能として常時 80 Å をうるることができる。直接倍率は 1,500 倍から 5,000 倍まで変化できる。

1. 緒 言

電子顕微鏡が光学顕微鏡ではとうてい達しえない極微の世界を開拓して以来わずか 25 年たらずであるが、理論的研究の発展と製作技術の進歩により長足の進歩をとげ、最近では高度の学術研究用のみにとどまらず、工場現場における生産管理用として、また医学臨床用、学校教材用として使用される傾向にある。しかしながら取り扱いの簡便さや価格の点で改善が要望され最近数年間数種の小形顕微鏡が日本および諸外国において商品化されている⁽¹⁾⁽²⁾。

日立 HM-2 形電子顕微鏡⁽³⁾は、数年前かかる要請に応じて設計製作されたもので、その電子レンズ系は一つの永久磁石で対物および投射レンズを並列に励磁する構成となっている。永久磁石励磁電子レンズ系は、永久磁石の高度の安定性から高分解能が期待でき、特に励磁電源を必要としないため保守操作が簡単であるなどの特長を有する反面、倍率固定⁽²⁾という欠点があった。われわれはこの欠点を漏洩パーミアンスを変化させることにより克服し、HS-6 形にあっては広範囲の倍率変化、焦点合せに成功している。

この方法によればレンズ励磁用電源を必要とせず、したがって電子レンズの励磁を常に永久磁石がもつ高度の安定度に保つことができるので、常時高性能を保持する。事実 HS-6 形電子顕微鏡では 20~25 Å の分解能を示している。

しかしながら漏洩パーミアンスを変化する機構はかなりの精密工作を必要とし、多少高価になることをまぬがれない。したがって分解能として 60~80 Å 程度を目標とする小形電子顕微鏡のレンズ系としては、かかる機構をそのまま取り入れることは、価格の点で問題がある。このため新しく永久磁石と電磁石の併用励磁方式の電子レンズ系を提案した。

本レンズ系は HM-2 形の特長である 1 個の永久磁石により対物および投射レンズを並列に励磁する磁気回路は従来⁽³⁾のまま使用し、新たにその磁気回路中に中間レンズとこれを励磁する小コイルを設けた。この中間レンズを縮少レンズとして使用することにより終像倍率を変化することに成功したもので、一方対物レンズの焦点合せは、その外側に設けた小コイルにより行っている。いずれの場合もその励磁電源はきわめて小容量のものでよく、また所要安定度も色収差係数の検討結果から、比較的低くてよい。HS-6 形電子顕微鏡のごとき 20~25 Å の分解能を必要とするものには励磁電源としてさらに高い安定度と大きい容量を必要とするため、かえって永久磁石励磁方式の特長を損う結果を招くことになる。60~80 Å の分解能を目標とする形式において初めてこのような併用方式が有効であるといえることができる。

永久磁石としてはわが国が誇る最優秀磁石鋼を使用しており、設計上その性能を十分活用するとともに、経年変化に対する安全係数も十分考慮している。

さらに各部機構についても詳細に検討を加えるとともに、高圧電源も完全防電撃となっているので取り扱いに際しては簡便で、なんらの危険もない。

以上永久磁石励磁電子光学系についてその概要を記するとともに HM-3 形電子顕微鏡の構造大要と性能について詳説する。

2. 永久磁石励磁電子光学系

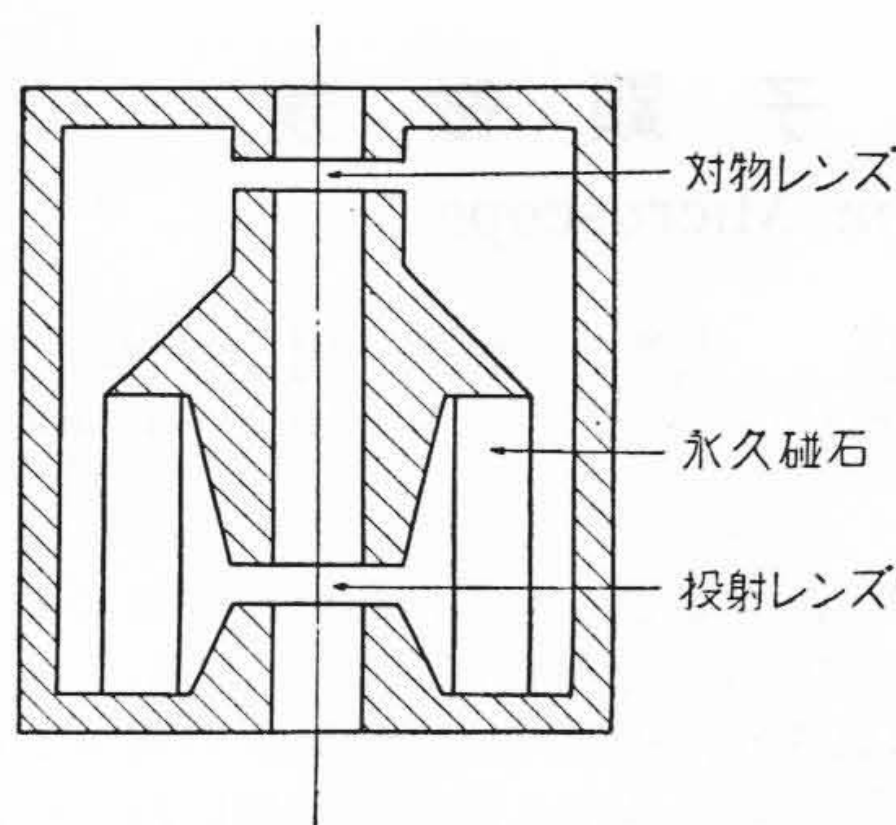
2.1 磁気回路の構成および設計

一般に電子レンズを永久磁石で励磁する場合、電子光学系における漏洩磁場は像の歪曲偏倚を生ずるのでコイル励磁方式の場合のコイルを単に永久磁石でおきかえることはできない。かかる点を考慮し従来二、三の形式が提案されている⁽⁴⁾。

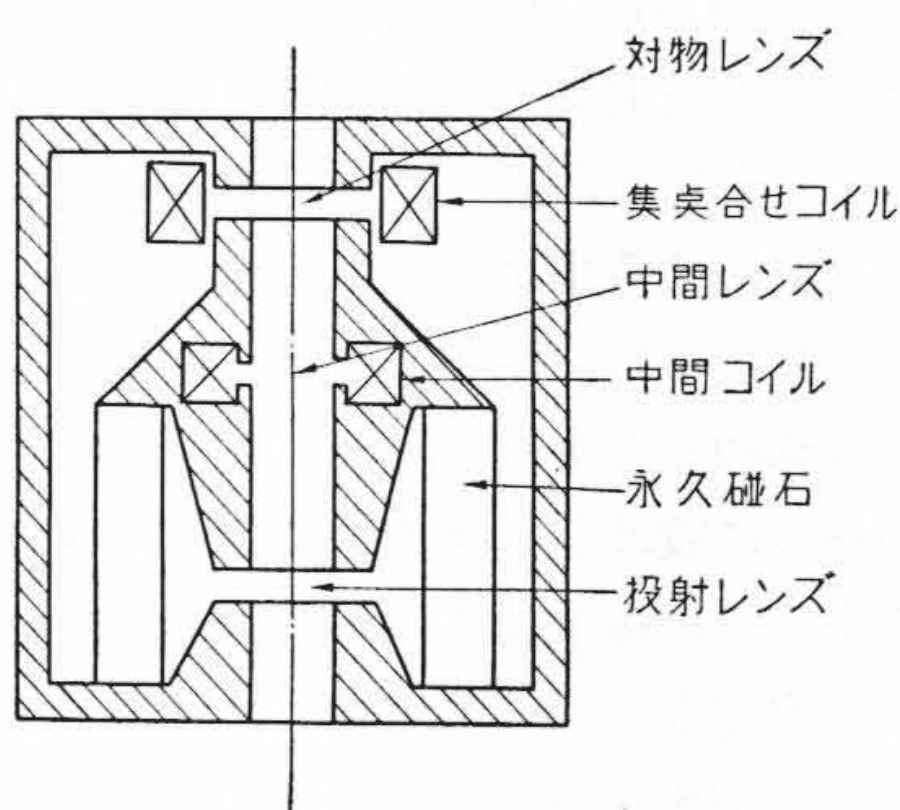
第 1 図は HM-2 形電子顕微鏡の電子レンズ系の断面を示したもので、1 個の永久磁石で対物および投射レンズを並列に励磁する方式である。磁気回路の構成は最も

* 日立製作所多賀工場

** 日立製作所中央研究所



第1図 HM-2 形電子顕微鏡の構造

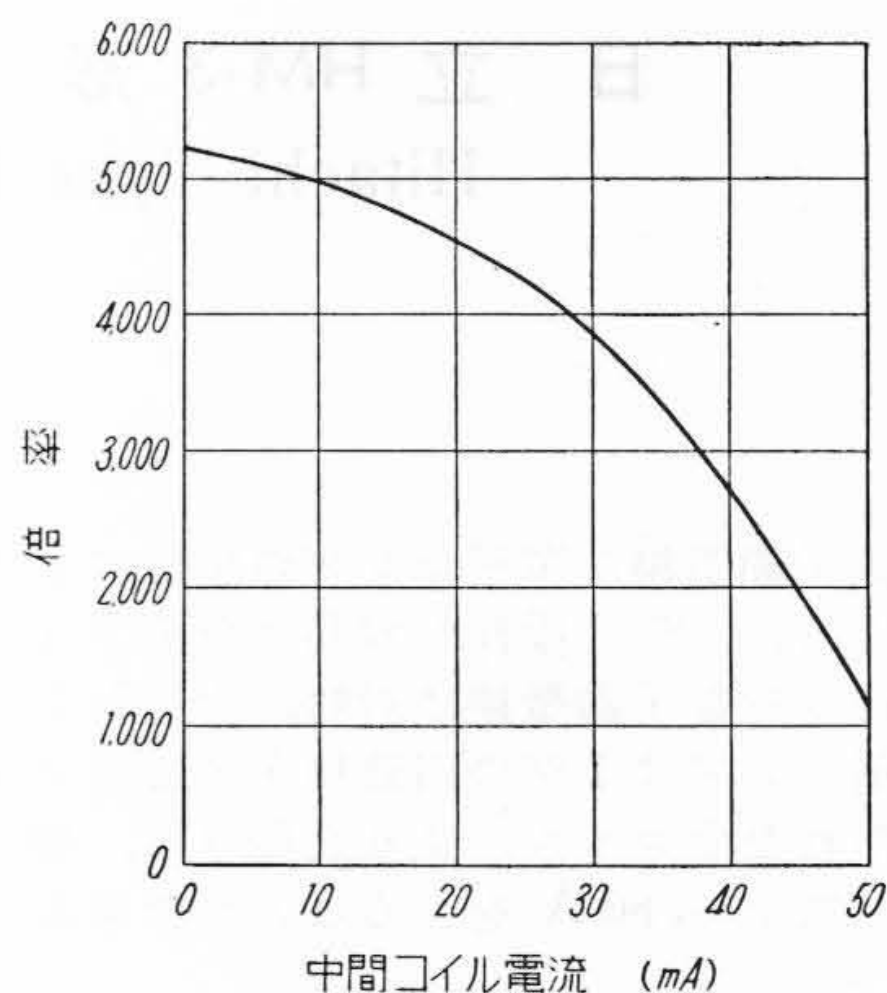


第2図 HM-3 形電子顕微鏡の構造

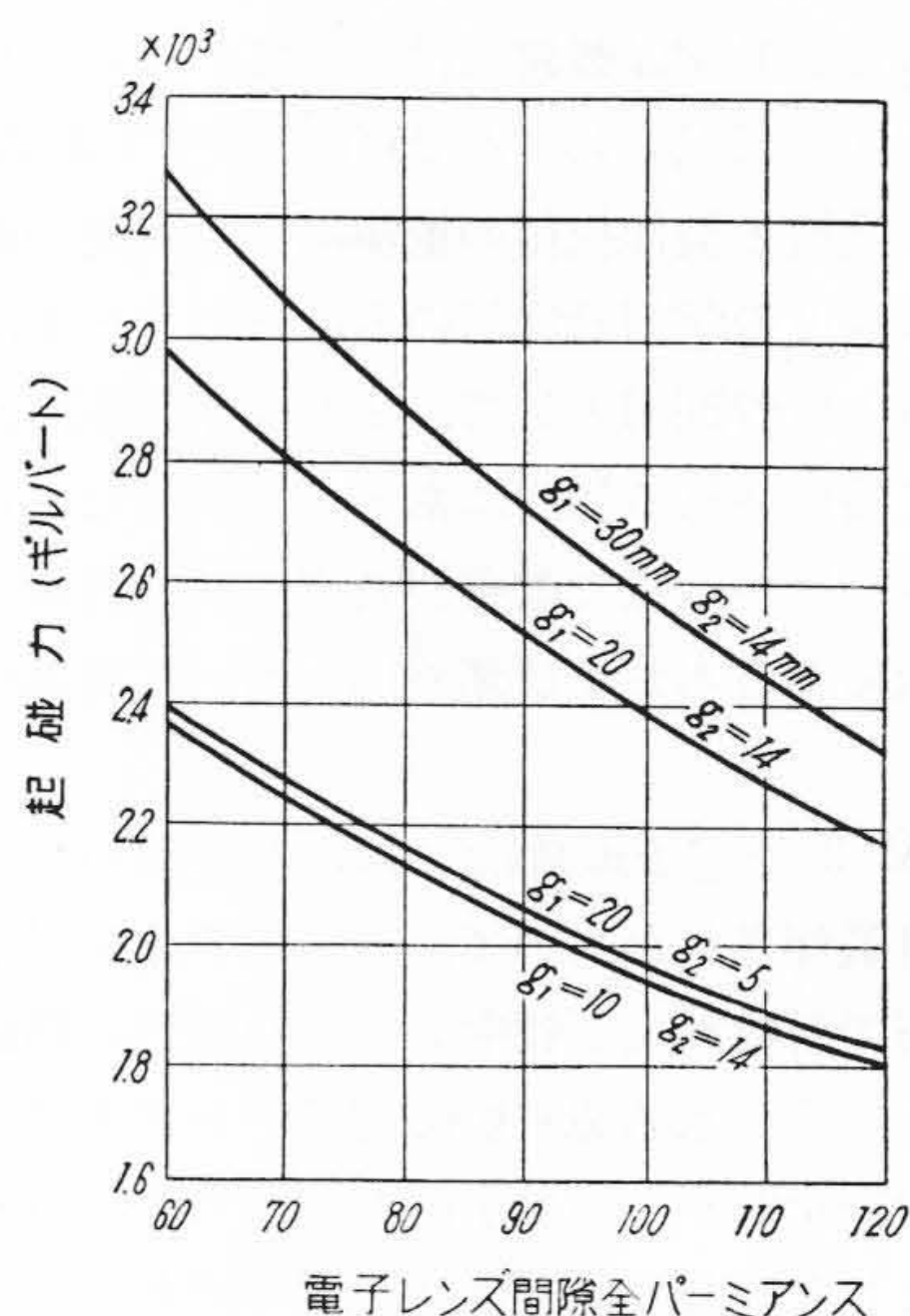
簡単であり、寸法、重量を小さくできる。この方式の欠点は終像の倍率変化が困難な点にある。

日立 HM-3 形はこの欠点を改良したもので第2図に構造原理図を示すように永久磁石の一磁極から対物レンズ下部磁極および投射レンズ上部磁極に至る磁気回路中に小コイルを埋没し中間レンズ間隙を励磁するようにした。中間コイルに電流を通じないときは、対物および投射レンズからなる2段拡大系を構成する。したがって永久磁石の磁気回路からみれば、第1図に示すHM-2形のものとなんら変りない。中間コイルに電流を通ずることにより中間部分でレンズ作用を行い縮小像をうることができる。第3図に中間コイル電流と終像倍率の関係を示す。したがって使用範囲として約1,500倍から5,000倍にとることができる。歪曲収差は1,500倍において1%以下である。

本磁気回路は上記のように永久磁石励磁方式の特長とするところの、構造が簡単で、重量、寸法を軽減できること、コイルおよびその安定電源を必要としないこと、永久磁石の高度の安定性のため、高分解能が期待できることなどはそのままとし、一方コイル励磁方式が倍率変化に対し有利であるという特長を取り入れた新しい形式であって、一般普及形として設計したものである。



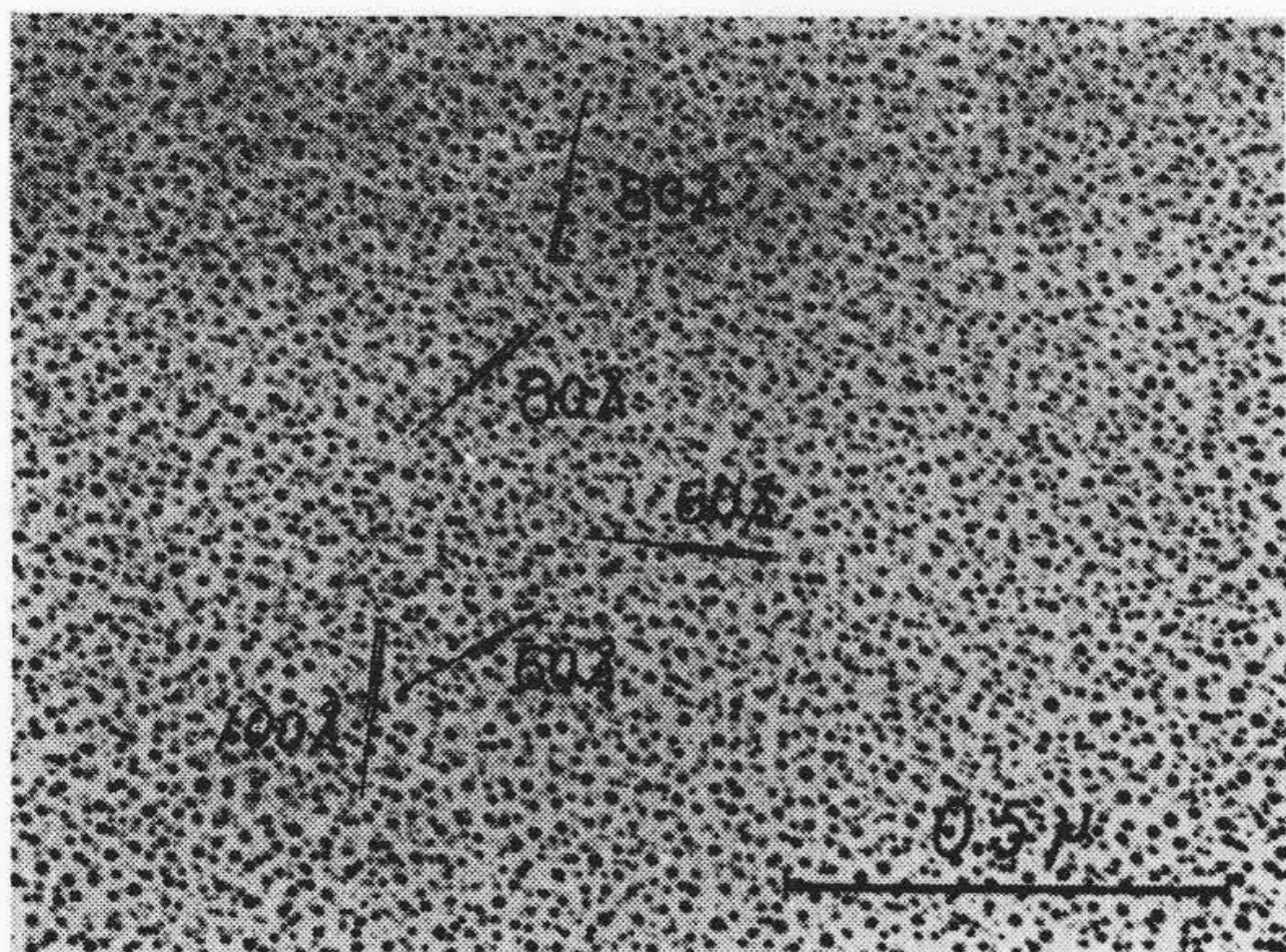
第3図 HM-3 形電子顕微鏡の倍率曲線



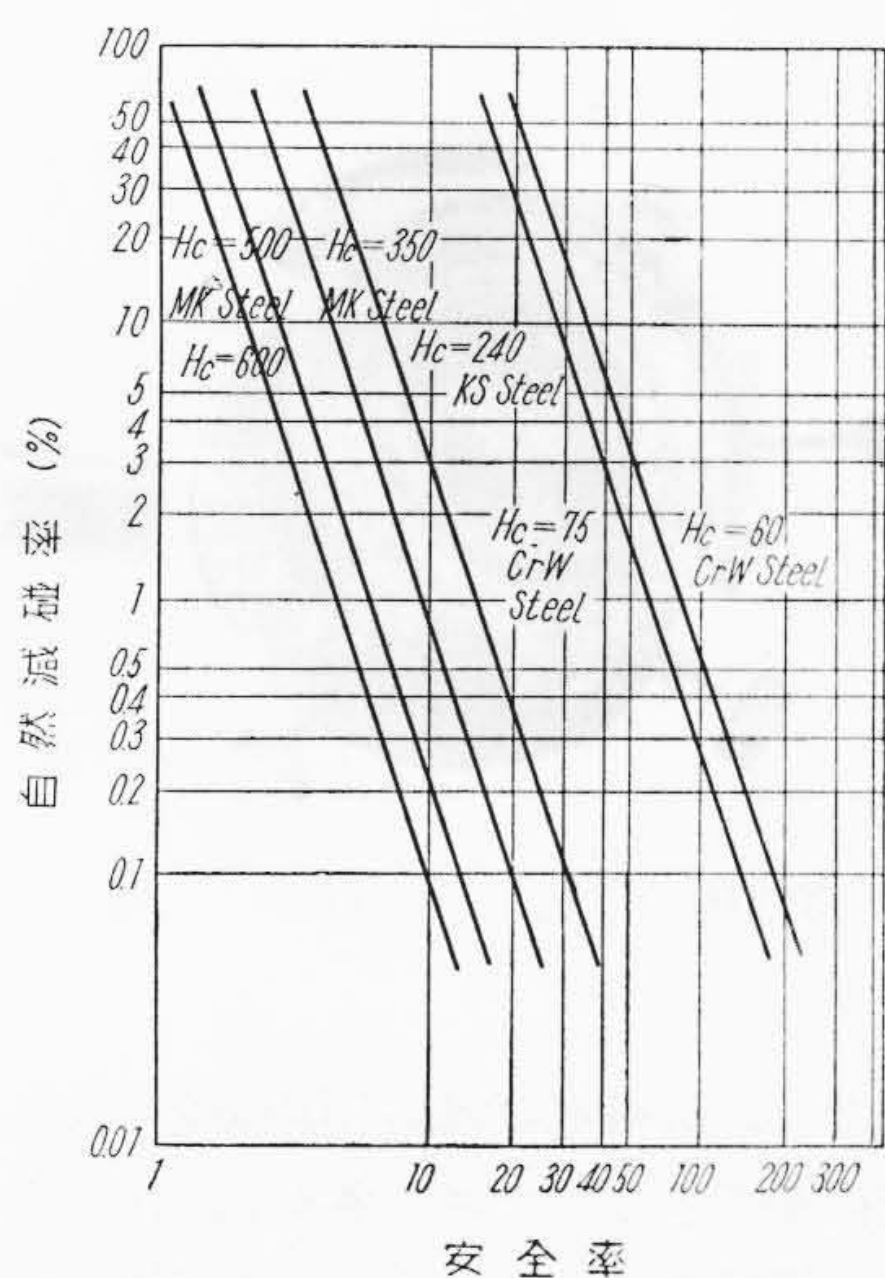
第4図 電子レンズ間隙の全パーミアンスと起磁力の関係

永久磁石を電子光学系の励磁に使用する場合、本質的には一般計器用そのほかの磁石の設計と異なるところはない。ただ電子レンズの場合は目的により異なるが所要起磁力として1,000ないし4,000アンペアターンを要し、また上記のごとく性能上漏洩磁束を十分遮蔽する必要があるので全漏洩パーミアンスは大きい値をとることになり、その漏洩磁束分布の算定は十分考慮する必要がある。その設計については別に報告⁽⁵⁾したので詳細に記すことは省略するが設計の一例を示せば第4図のごとくである。第4図は並列励磁方式の場合の電子レンズ間隙の全パーミアンスと起磁力の関係を示す一計算例で外部および内部継鉄と磁石の間隙 g_1 , g_2 をパラメータとしてとった。筆者らの実測では計算結果と比較的よい一致をみている。

本顕微鏡で使用する永久磁石は最近の最優秀磁石で残留



第5図 銀の蒸着粒子



第6図 安全率と自然減磁率の関係

磁気 $Br = 12,000 \sim 13,000$ Gauss, 抗磁力 $H_c = 550 \sim 650$ oersted, エネルギー積 $BH_{max} = 4 \sim 5 \times 10^6$ である。

2.2 分解能, 経年変化, 焦点合せについて

永久磁石励磁方式の電子光学系は従来のコイル励磁方式に比べ高度の安定性を有しているから同じレンズ構成および起磁力の場合すぐれた性能を示すことが期待される。事実, 永久磁石励磁3段レンズ系を使用しているHS-6形⁽⁶⁾電子顕微鏡は約 $25 \text{ \AA}$ の分解能を有し, かかる方式でさらに 10 乃至 $15 \text{ \AA}$ をうることも困難ではない。第5図は HM-3 形電子顕微鏡による銀の蒸着粒子の撮影例で約 60 乃至 $80 \text{ \AA}$ の分解能をもつことが実証されている。

永久磁石の経年変化に対しては日立製作所の計器製作の長年の経験を取り入れて設計上の安全係数を十分大きくとっており長期にわたり減磁するおそれはまったくない。辻田氏⁽⁷⁾によれば6種類400個の磁石について平均

4年間の寿命試験の結果を基礎とし磁石の設計上の安全率と自然減磁率の間に第6図のごとき一定の関係があることを見出している。

ここに磁石の自然減磁率とは究極の減磁量と最初の磁束の比で定義せられる。HM-3 形電子顕微鏡では設計上の安全率は17以上で第6図より自然減磁率は 0.04% 以下と推定せられる。外部磁場, 外部衝撃, 室温の変化などの影響についても十分の検討を行っているが, 最近の優秀磁石鋼は著しく安定で問題とする必要はない。

永久磁石励磁電子レンズ系の対物レンズの焦点合せには従来3種の方法が使用されている。第1の方法は試料を機械的に光軸に沿って動かし焦点位置におく方法⁽⁸⁾で, 数ミクロン程度の微細な調整を要するため機構的にかなり困難である。第2の方法は加速電圧を変化させるもので, 普通用いられている⁽⁹⁾。HM-2 形でもこの方法を使用した。第3の方法は機械的に永久磁石のパーミアンスを変化するもので, HS-6 形ではこの方法で微細かつ安定な焦点合せに成功している。

HM-3 形電子顕微鏡では上記のいずれの方法も採らず第2図に示すように対物レンズの外側に焦点合せ用の小コイルを巻き, これに電流を通じ集束せしめた。この方法の特長は対物レンズを励磁する起磁力の大部分が永久磁石で負担されるため, 今かりに永久磁石の起磁力に対し焦点合せ用コイルの起磁力を10分の1とすれば焦点合せ用のコイル電流に要求せられる安定度は10倍大きくとってもよいことになる点にある。したがって電源は小容量でしかもきわめて簡単なものですむ。

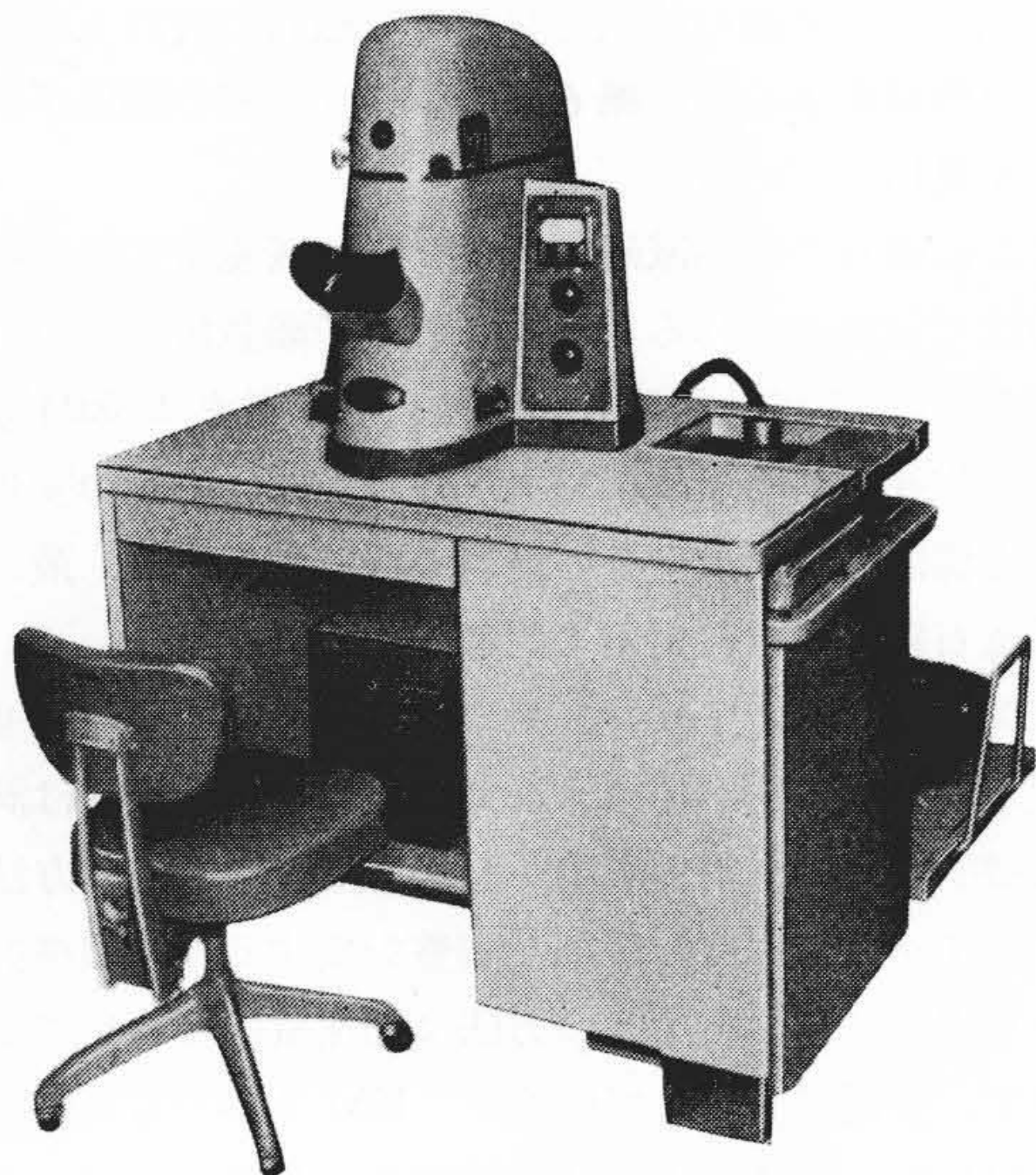
永久磁石の動作点はコイル電流の増加とともに減磁曲線上から小ヒステシス環線上を動くが永久磁石のみかけ上の寸法比を大きくとるとともに十分の人工加齢を施してあるので減磁のおそれはまったくない。

3. HM-3 形 電子顕微鏡

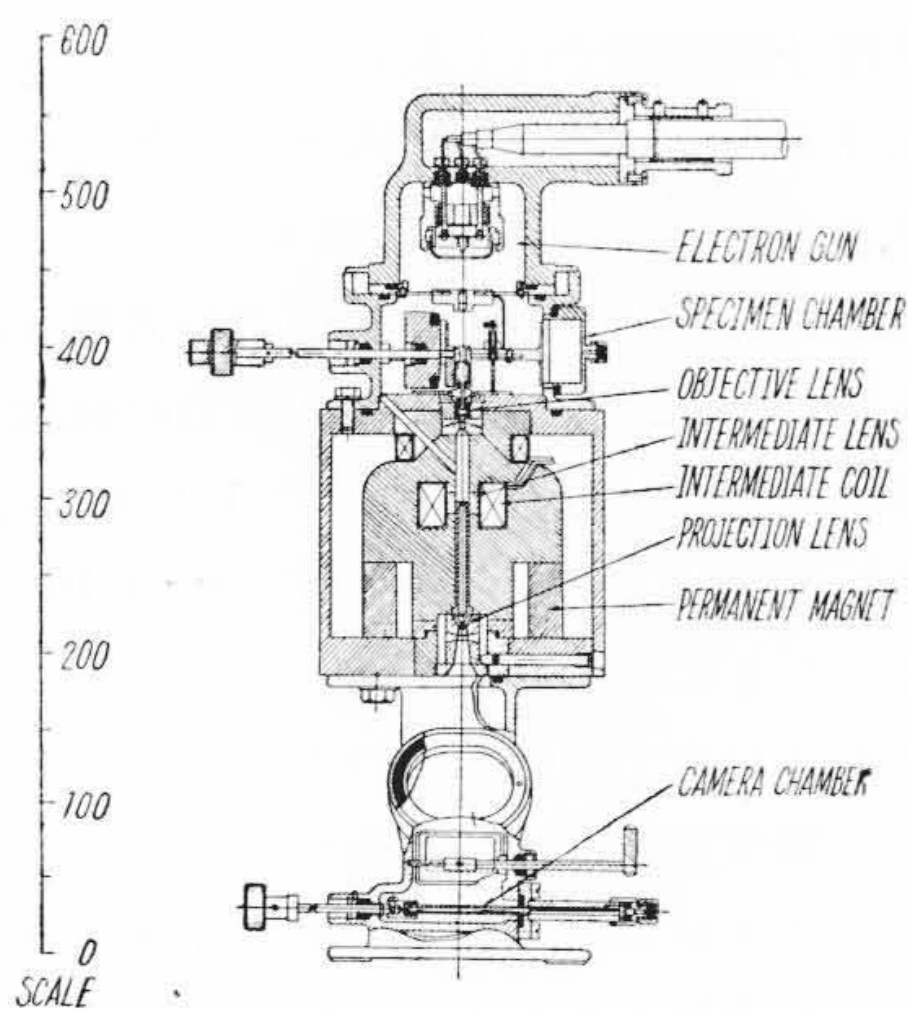
3.1 構造大要

本電子顕微鏡は第7図に示す外観写真のごとく卓上用であって使用者が机の上に適当に置いて使用でき, また任意の場所に簡単に移動できる特長がある。全装置は机上の本体および床上の油回転ポンプ, 電圧安定装置および高圧電源からなり, それぞれ真空ゴム管, 高圧ケーブルで接続されている。

本体構造は第8図に示すように上部に電子放射部を, 中間に試料室ならびに永久磁石を使用した電子光学系を, 下部に観察用蛍光板およびのぞき窓, カメラボックスをもち, 全装置は鋳物製の台に固定されている。全体的に耐震構造を取り, 外部振動による分解能の低下を避けている。本体に付属したパネルに操作用のスイッチおよびつまみ取り付けられ, 使用者はすべての操作を腰



第7図 HM-3 形電子顕微鏡の外観

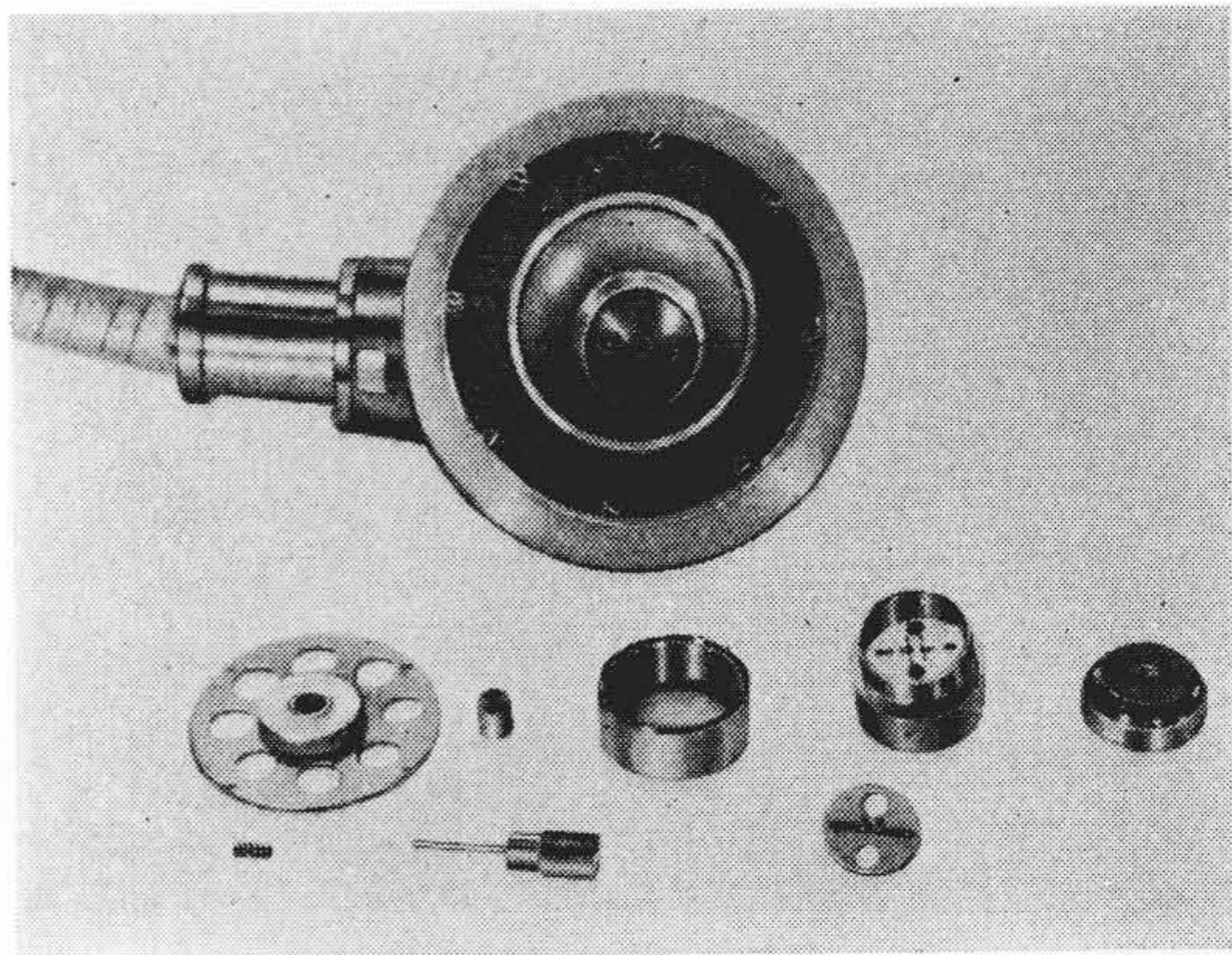


第8図 構造断面

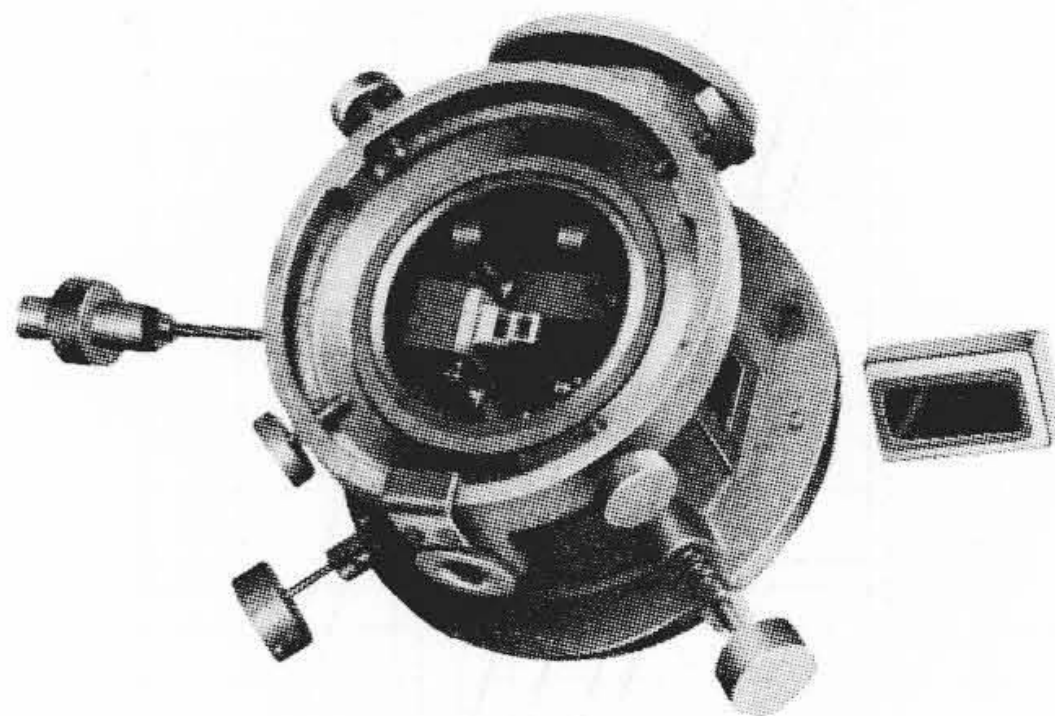
かけたままで行うことができる。

3.2 電子放射部

電子放射部は上部碍子に絶縁された高圧ケーブルにより高圧電源、フィラメントおよびバイアス電源を導入し、碍子および高圧ケーブルの外側は遮蔽の上、接地されている。すなわち完全防電撃方式となっているので使用者に高圧に対する危険を与えず、また湿気、空気中の塵埃、風などによる高圧の変動を防止している。加速電圧は 40 kV、フィラメント電圧は 4V である。第9図に下部よりみた写真を示す。碍子内部にフィラメントおよびウェーネルト円筒が納められており、下部の接地された陽極板と機械的に中心合せができています。陽極板下部には陽極絞りが取り付けられている。この絞りは対物絞りと同一構造のものであって共用、交換できる。一般に陽極絞りは電子線により汚れるが、汚れた絞りは本体を分



第9図 電子銃



第10図 試料室

解することなく、試料室の窓から陽極絞り取出具によって簡単に交換ができる。ウェーネルト円筒の中心と陽極絞りの中心は機械的に一致するように工作されている。フィラメントは雲母板に取り付けたタングステンフィラメントを用い、交換は容易である。

電子線の調整箇所は電子放射部だけである。電子放射部は次の試料室上部にゴムパッキングを介して取り付けられ、第10図に示す試料室の4個のネジにより電子放射部を移動して電子線を対物レンズと投射レンズの光軸に一致させる構造となっている。

3.3 試料室

試料室の構造は試料交換に際して時間を短縮し、かつ油拡散ポンプの油を劣化させないために、いわゆるエアロック式を取り、全体の真空を破ることなく試料部分のみを小容積の試料交換室に入れて行うようになっている。試料は試料台の先につけられ、この試料台は左側より挿入された棒の先に取り付けられ、その棒の回転により対物レンズ内に挿入される。この場合試料は特殊機構により試料微動装置に装着され、従来のごとく振動により対物レンズに対して試料が移動し、像の流れることはない。また振動に対し非常に安定であるため、本電子顕

微鏡を使用する場合、特殊な基礎工事を要せず普通建物のどこでも使用できる。微動装置は鏡体外より2個の微動棒により操作され、外部の2個の微動用つまみによりそれぞれ直角の2方向に動かすことができる。また試料室は前方に鉛ガラスを用いたのぞき窓があり、フィラメントの点火状態を観察できる。第10図は試料室を上方から見た写真である。

試料交換室の容積はきわめて小さく、約1分間で排気される。

3.4 電子レンズ系

第2図に示すごとく対物、中間、投射レンズから構成される。このうち対物および投射は1個の円筒形永久磁石で並列に励磁されその磁気回路の一部に中間レンズ励磁用の小コイルがある。コイル電流を0から50 mAまで変化することにより終像倍率は1,500倍から5,000倍まで変化する。各レンズの製作は工作上最高の精度で行われており、さらに精密なレンズ試験ののち非点隔差の小さい電子レンズを選定して使用している。対物絞りは試料室から挿入される。対物絞りは像のコントラストを調節するためおよび絞りを清浄に保つため随時交換される。

3.5 カメラボックス

拡大された電子像は下部の蛍光板で観察される。第8図に示すように蛍光板は光軸に対し約76度傾斜しており、終像観察を容易にしている。第11図にその外観を示す。観察用のぞき窓には凸レンズを使用し、その拡大率は約2.5倍で、レンズにはコーティングが施されて増透効果をあげている。のぞき窓を通し100×100 mmの蛍光板上の像を観測できる。これはまたシャッタを兼用しており、開閉のつまみが右側に出ている。写真乾板はキャビネの1/6の寸法でカセット内に納められ、蛍光板の下に横から挿入される。乾板交換も操作能率の向上のために試料室同様エアロック式である。すなわちカセットはカセット受の中に納められ、カセット受はカセット移

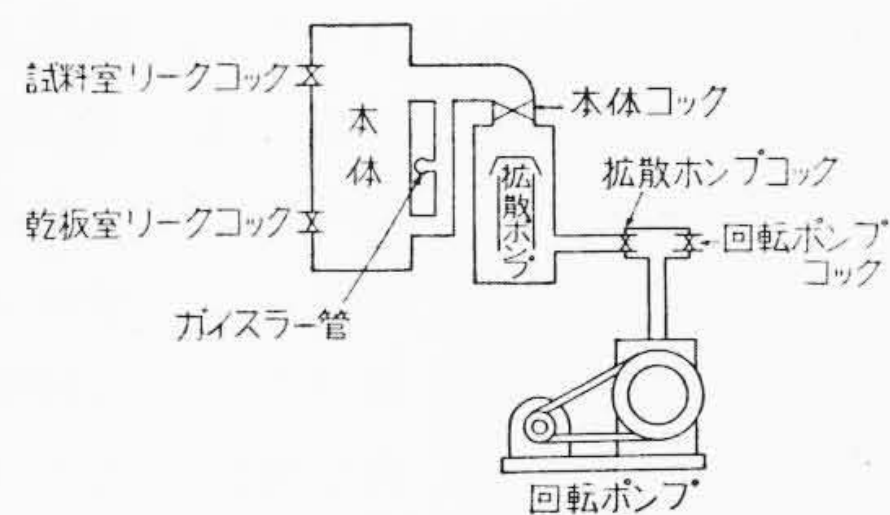
動棒の先につき、この棒を左方から圧着し、右側のカセット交換室と本体を気密に隔離する。交換室の蓋には簡単なリークコックがついており、これを引くことにより蓋がはずれ、乾板交換ができる。カセットはカセット受のスプリングにより、カセット移動棒の動きにつれて動き、撮影位置におかれる。カセットの蓋はこの場合交換室に残り、自動的に乾板は露出する。撮影終了後逆の動作によりカセットの蓋は閉じられ交換室へ送りこまれる。乾板交換室の容量もまたきわめて小さく、約2分以内で乾板の交換ができる。

3.6 真空排気系

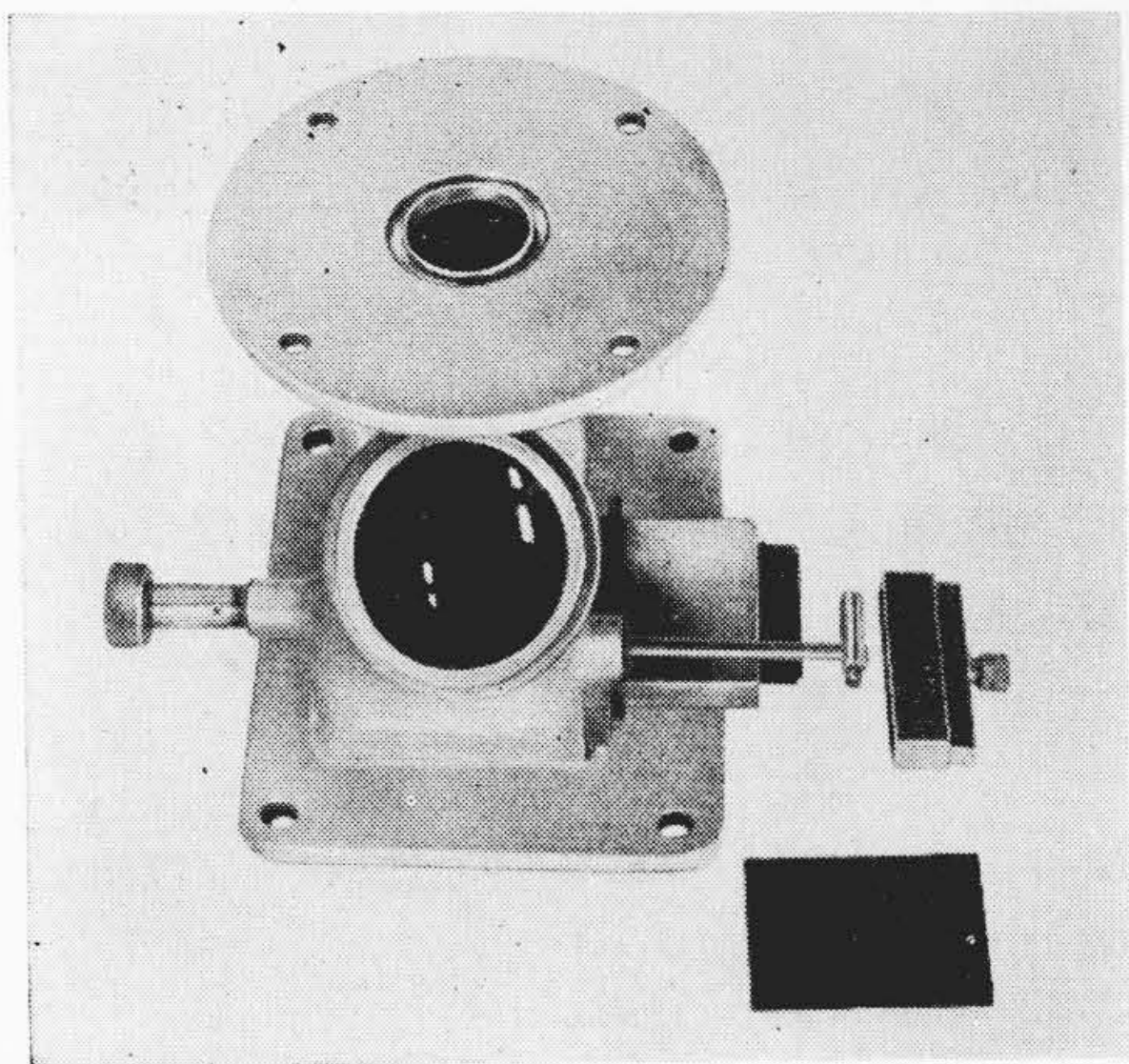
磁界形電子顕微鏡では内部真空度を 10^{-4} mmHg以上にすることが必要である。このため油拡散ポンプと油回転ポンプを使用している。本電子顕微鏡では油拡散ポンプにシリコンオイルを使用し油が高温で空気にさらされた場合の劣化を避けている。したがって従来のごとく本体と油回転ポンプの間に予備排気の回路を設ける必要がなく、それだけ操作が簡易化されている。油拡散ポンプは本体の背後に取り付けられ、また油回転ポンプは床上におかれ、その間を真空ゴム管で接続している。第12図に真空排気系統図を示す。

真空設計にあたっては排気抵抗を考慮して十分の太さの排管を使用し、特に電子放射部の真空度については留意してある。

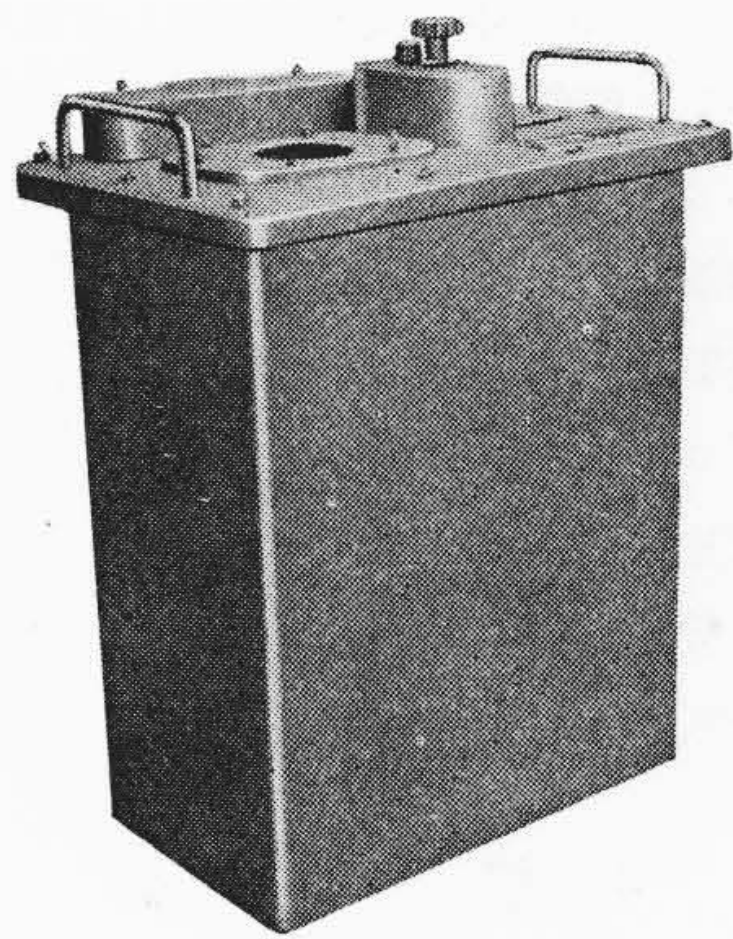
真空度測定は簡便で故障のないガイスラ管を使用した。



第12図 真空排気系統図



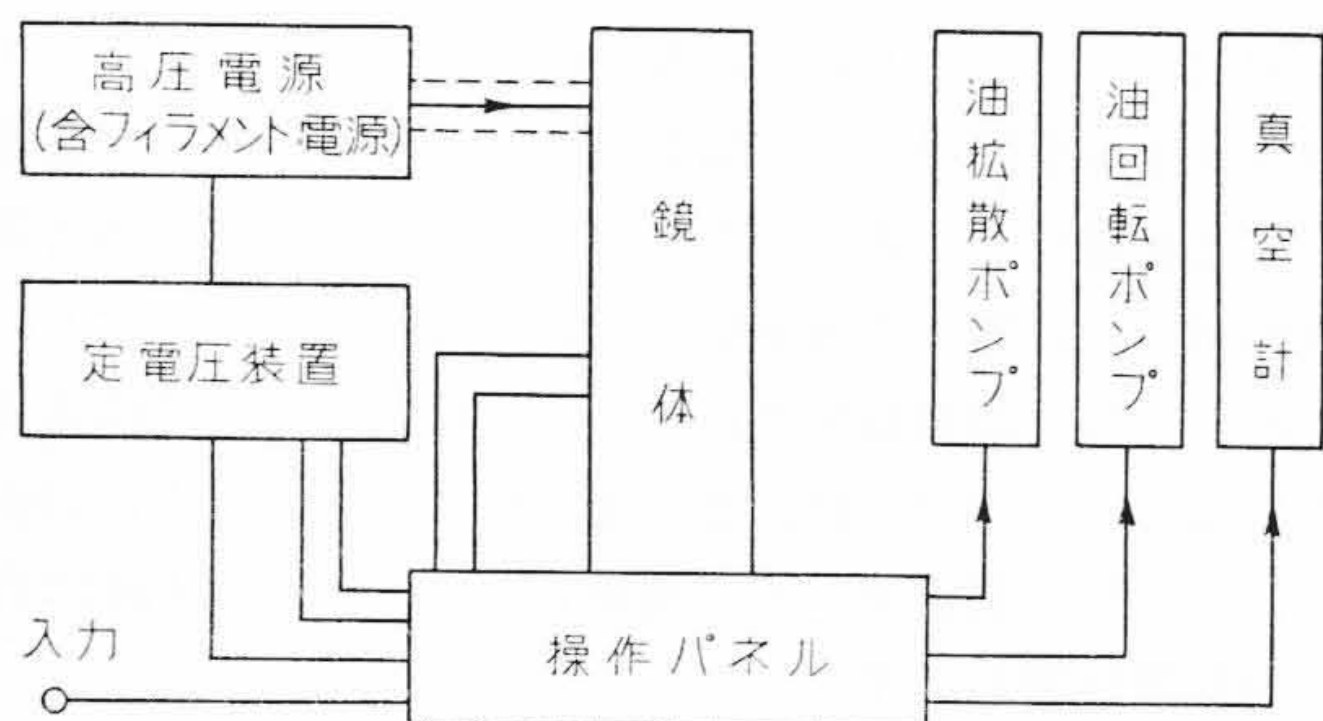
第11図 カメラボックス



第13図 高圧電源



第14図 定電圧装置



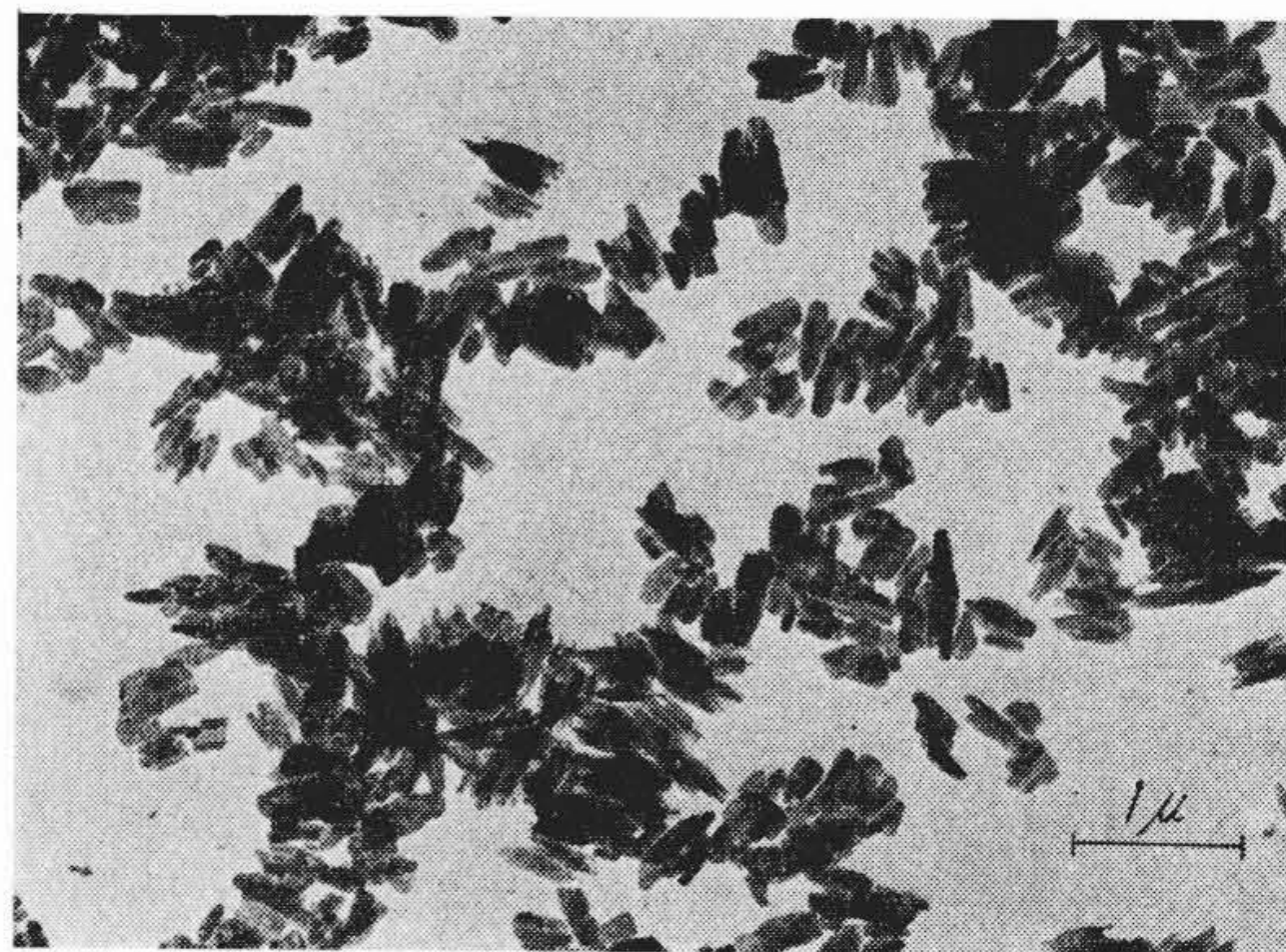
第15図 配線系統図

3.7 電源部

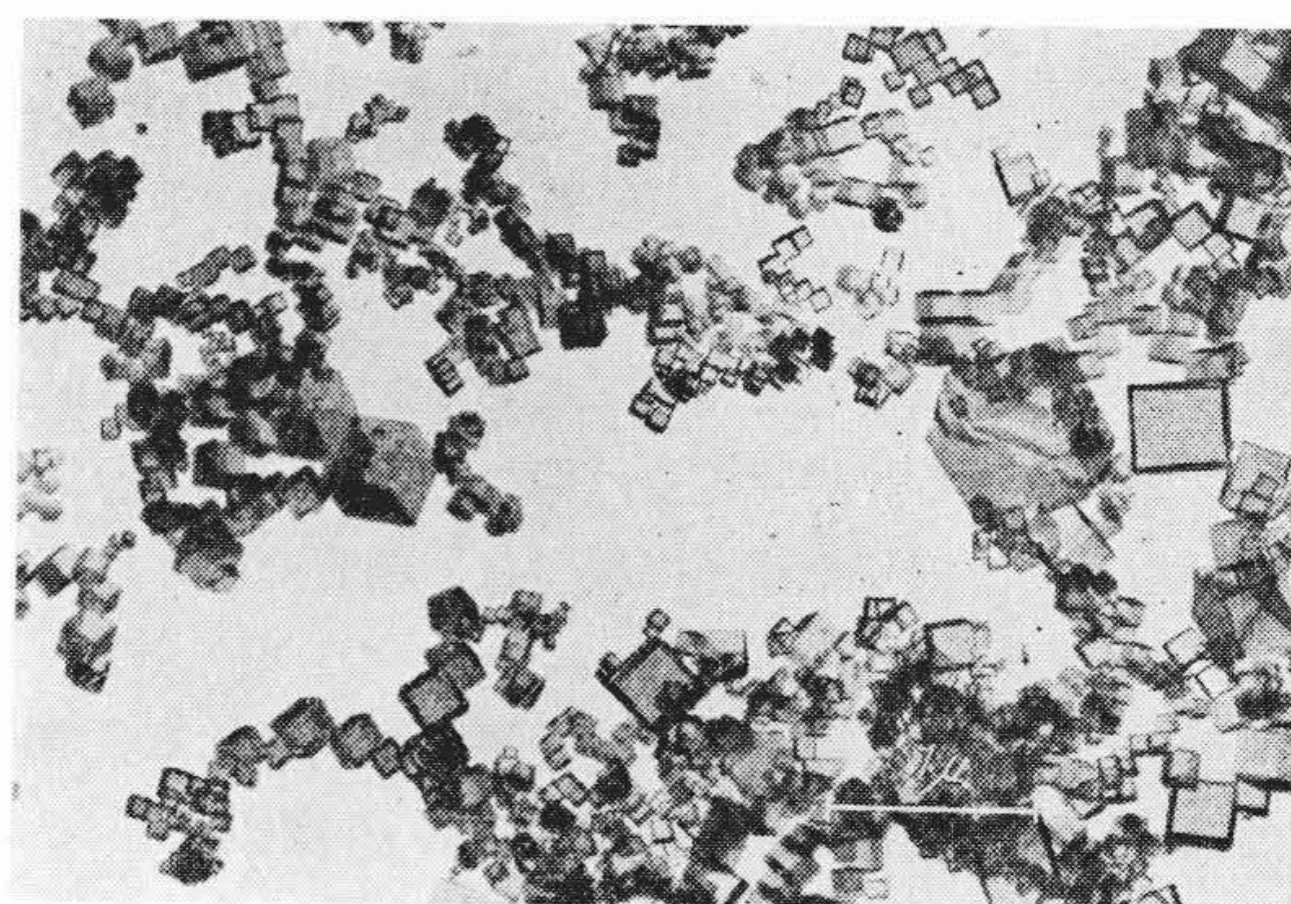
高圧電源は第13図に外観を示すごとく商用周波数倍電圧整流方式で、一つの油タンク中にフィラメント電源、パイアス電源とともに納められており、絶縁された高圧ケーブルにより本体に接続されている。電圧は40kVである。パイアスは電源タンクの外部のつまみにより5段階に変化できる。使用後充電された平滑コンデンサの放電に際して油中での放電を避けるために特殊の装置が考案されて付けられている。高圧電源の入力は定電圧装置を経て供給される。定電圧装置は特に周波数の補償を行ってあり、電圧および周波数の変動による加速電圧の変動を避けている。本定電圧装置は磁気増幅器形である。第14図にその外観を示す。安定度は50V用のものが、48~51V、90~110Vにおいて0.3%以下であり、加速電圧の安定度は30秒間に約0.01%以下である。さらに本定電圧装置中には対物レンズの焦点合せコイルおよび中間レンズコイルのための励磁電源が含まれている。その安定度は先に記したように低くてよいので電源としてもきわめて簡単な構成になっている。第15図に全装置の配線系統図を示す。

4. 撮影例

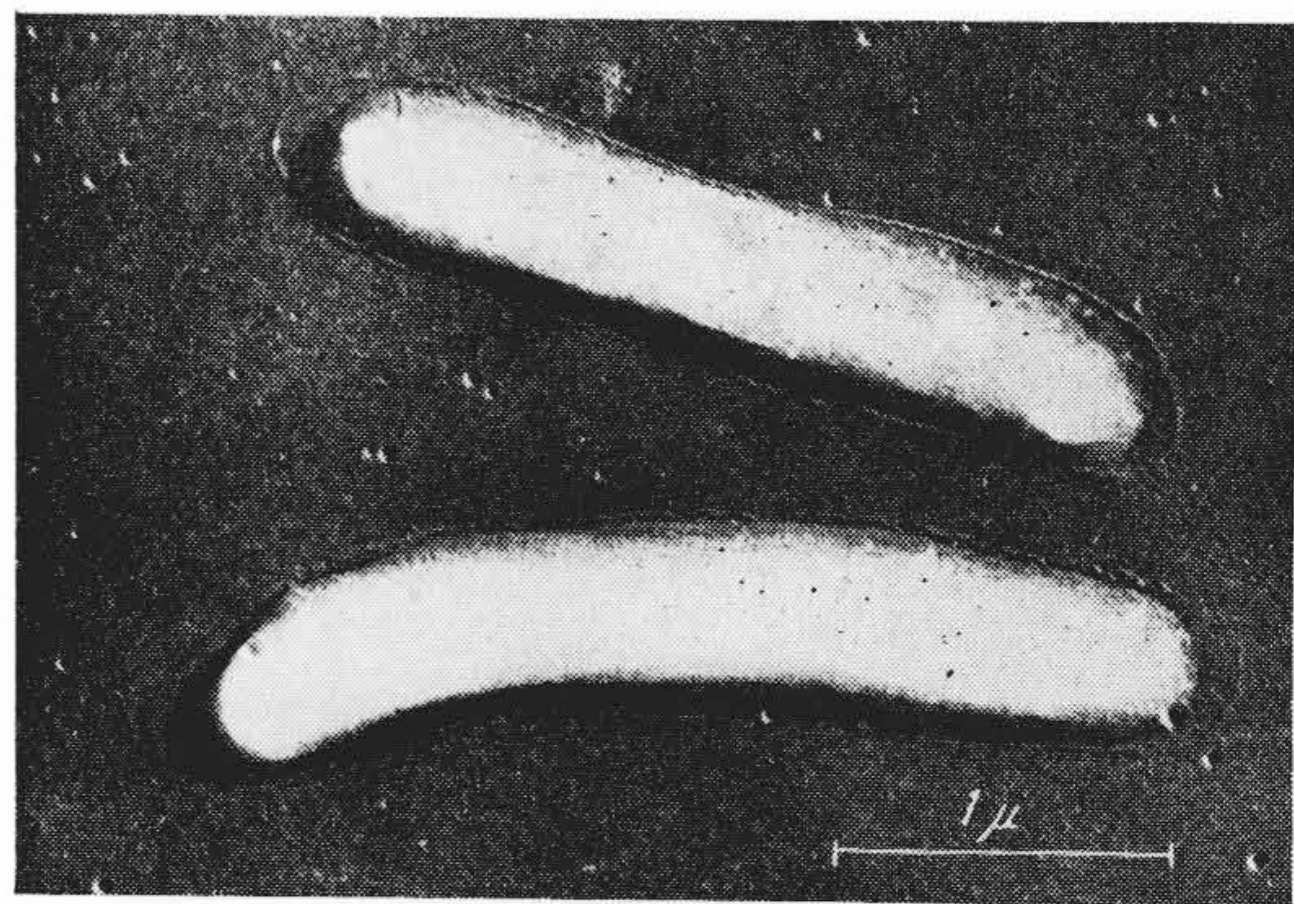
第16図~第20図に本顕微鏡による撮影例を示す。



第16図 顔料 (紺)



第17図 酸化マグネシウム



第18図 結核菌

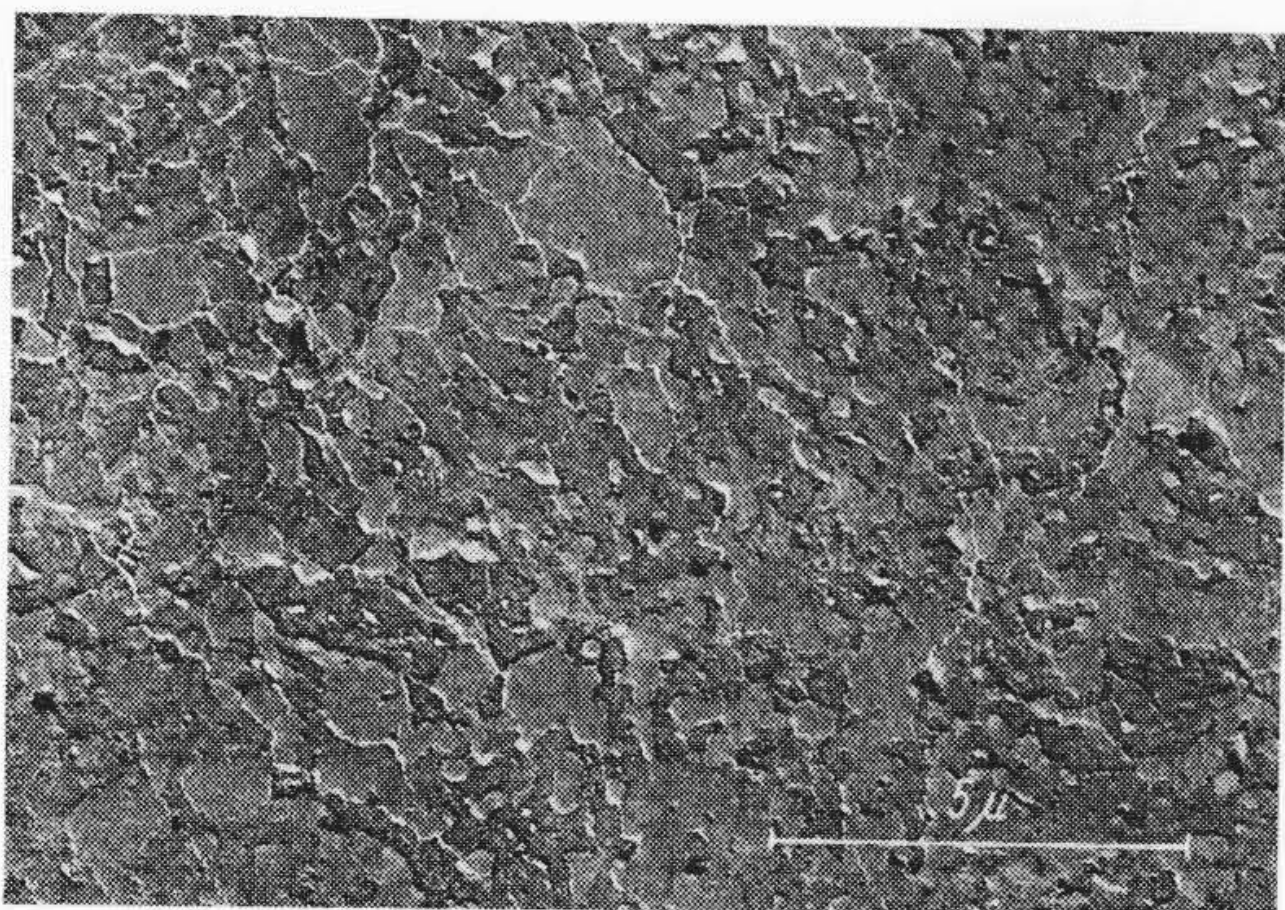
それぞれ第16図は顔料(紺色)第17図は酸化マグネシウム、第18図は結核菌、第19図は炭素鋼のソルバイト組織、第20図はパルプ表面を示す。

5. 結言

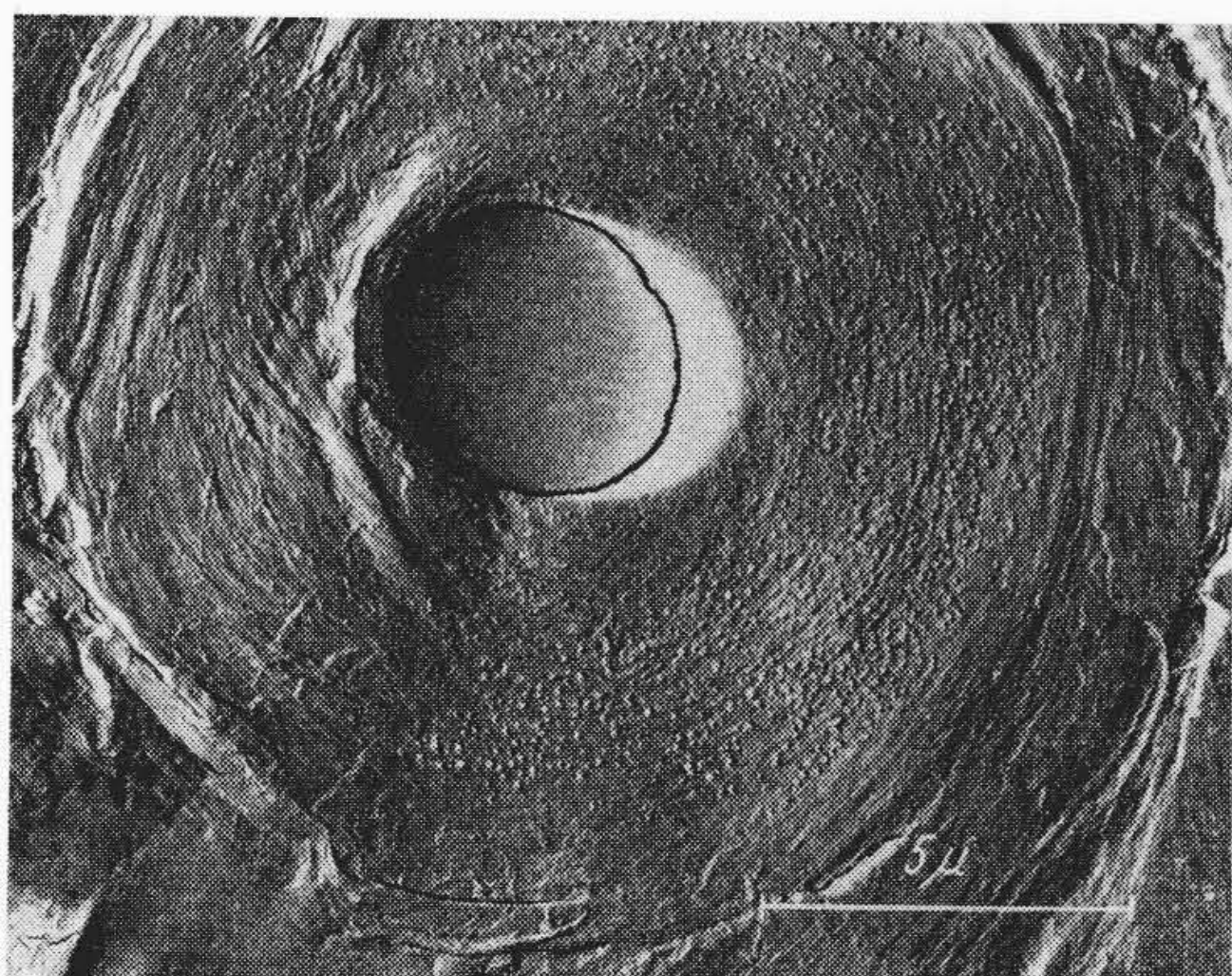
HM-3形電子顕微鏡のおもなる特長および性能をあげれば次のとおりである。

(1) 特長

(i) 卓上形で小形軽量、場所をとらず簡単に移動で



第 19 図 炭素鋼 (ソルバイト組織)



第 20 図 パ ル プ 表 面

きる。

(ii) 永久磁石励磁方式の特長とコイル励磁方式の特長をとり設計せられている。

高倍率像を撮影する場合は永久磁石励磁2段レンズ系として使用するためコイル電源の安定度を考慮する必要はない。中間レンズ電流を 0 mA から 50 mA まで変化することより容易に低倍率像をうることができる。

る。

(iii) 完全防電撃方式を採用し高圧部分がまったく外部に露出しないため高圧に対する危険のないことはもちろん、湿気、塵埃などの影響を受けない。

(iv) 真空排気系はきわめて単純化し、試料室、カメラボックスのエアロック式と相まって複雑な真空切替の操作を除いてある。

(v) 耐震構造で据付場所に制限されない。

(2) 性 能

分 解 能	80 Å
加 速 電 圧	40 kV
電子光学的倍率	1,500~5,000 倍
最高引伸倍率	50,000 倍以上
乾 板	60×55 mm (キャビネ 6 分の 1)
電 源	AC 100 V 800 W
寸 法	本体 645×540×540 mm 電源 700×700×500 mm

以上の特長および性能をもつため専門的知識をもたない人でも操作が容易にできる。撮影例として数例をかかげたごとく、製紙、金属、窯業、化学、紡績、医学などあらゆる分野に、特に工場における品質管理、病院における臨床用、学校における教材用に適していると信ぜられる。

参 考 文 献

- (1) 大沼：日立評論 別 2, 21 (1953)
- (2) Reisner, Dornfeld: J. A. Phys. 21, 1131 (1950)
- (3) 木村, 藤岡：日立評論 36, 1519 (1954)
- (4) Reisner: J. A. Phys. 22, 561 (1951)
- (5) 木村, 出射：電子顕微鏡 6. 3. (1957)
- (6) 菊地, 木村：日立評論 40, 943 (1958)
- (7) 木村：日立評論 39, 329 (1957)
- (8) B. V. Borries: Z. Wiss. Micros Techn. 60, 329 (1952)
- (9) K. Müller: Electron Microscopy 17 (1957)

Vol. 21

日

立

No. 2

目

次

- ◎電化は外国なみ.....小西得郎
- ◎安い電力が使える進相用コンデンサー
- ◎もっと便利に、もっと使いやすく
(新型冷蔵庫)
- ◎工作機械はここまできている
- ◎契島海底ケーブル布設
- ◎新しい照明施設
- ◎明日への道標(インド国鉄納 2,600kW 電気

機関車)

- ◎日立 だ よ り
- ◎日立 ハイライト (ヒッターライト)
- ◎生活と金属 (ロールの話)
- ◎プラスチックテープ
- ◎静止スイッチ "ヒタログ"
- ◎パークラ発電所便り
- ◎ポルトランスの革命 (巻鉄心トランス)

誌代 1 冊 ¥ 60 (〒 16)

発行所 日立評論社 東京都千代田区丸ノ内1丁目4番地 振替口座東京 71824 番
取次店 株式会社オーム社書店 東京都千代田区神田錦町3丁目1番地 振替口座東京 20018 番