

最近の日立電子顕微鏡

Recent Development of Hitachi Electron Microscope

牧 野 勇 夫* 大 沼 嘉 郎* 赤 堀 宏*

Isao Makino

Yoshirō Ōnuma

Hiroshi Akabori

内 容 梗 概

日立電子顕微鏡の特長を中心に、この性能を左右している要点について述べる。たとえば高性能形(HU-11)電子顕微鏡のレンズ系統が日立独特の色収差補償方式を採用し、これにレンズ材料とレンズ工作法の研究が投入された結果ほぼ理論値に近い分解能が得られたこと、永久磁石励磁方式を採用している普及形(HS-6)電子顕微鏡の利点などをあげ、さらに電子顕微鏡の応用分野を拡大している付属装置についての現況を説明する。

1. 緒 言

電子顕微鏡は、1930年代にドイツにおいて開発された。わが国で研究が開始されたのは1939年のことである。戦時中研究は一時中止のやむなきには至ったが、戦後電子顕微鏡学会が誕生し、欧米よりの遅れを取もどすため活発な研究が進められてきた。

電子顕微鏡は試料を真空中に入れて電子線で照射するという根本的なわずらわしさを有するにもかかわらず、日進月歩で急激な発展と応用面が開拓されてきているのは、従来の光学顕微鏡が理論的に制限を受けていた分解能の壁を、電子顕微鏡の出現によってはじめて破ることができ、今までどうしても観察し得なかった微細構造を解明し得る唯一の方法となったからである。

電子顕微鏡は、電気、機械、材料など総合技術の粋を集めた感があり、従来は組立調整にも相当の熟練を要し、電子顕微鏡を操作することは、一つの特殊技能のような性格をもっていた。しかし現在は電子光学の理論的研究は一段落し、むしろ製品化の研究、応用面の研究に重点が向いつつあり、従来の光学顕微鏡のように、研究者が専門的知識を持たずに、測定用の一道具として使用する傾向に向っている。日立製作所においては当初より中央研究所に強力な研究陣を備え、戦後は工場で製品化を担当し、すでに70台が欧米において活躍しており、世界の最高水準に到達している。国内、国外とも販路が拡大されるに従い、その応用範囲も広くなり、できる限り顧客の要望を満すよう努力を払っているが、電子顕微鏡としての今後の傾向はおもに、

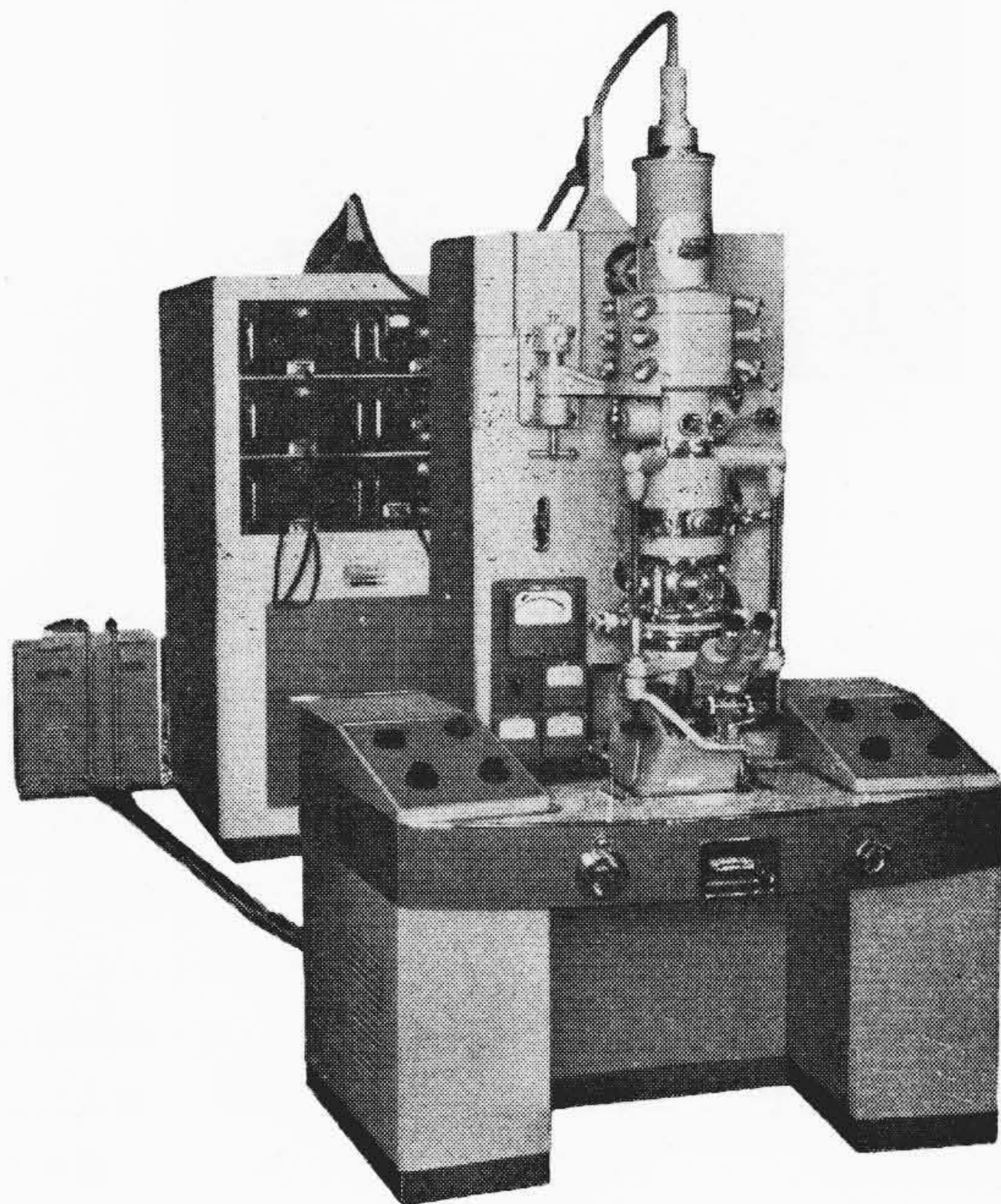
- (1) 現段階で到達し得る電子顕微鏡の分解能 $8 \sim 10 \text{ \AA}$ において、能率良く撮影し得る高性能電子顕微鏡の製品化
- (2) 従来の光学顕微鏡の限界を越えた微細な部分を研究するため、誰にでも操作でき、調整を要しない、保守の容易な普及形電子顕微鏡の製品化
- (3) 応用面からの要求が急速に進むにつれて、試料の作り方と各種の付属装置、加速電圧の高圧化などの研究と製品化に集約できる。

本稿では、日立製作所における高性能 HU-11 形、普及形 HS-6 および最近開発された各種付属装置の概要を述べる。

2. 高性能電子顕微鏡としての HU-11 形

日立製作所における電子顕微鏡の歴史はすでに20年以上に及んでいる。1942年 HU-2 形に商品化の端を発して改良を重ねた高性能形電子顕微鏡は、1960年 HU-11 形が完成されるに及んで最高性能機として世界に認められるに至った。さきに高分解能を目標に設

* 日立製作所那珂工場

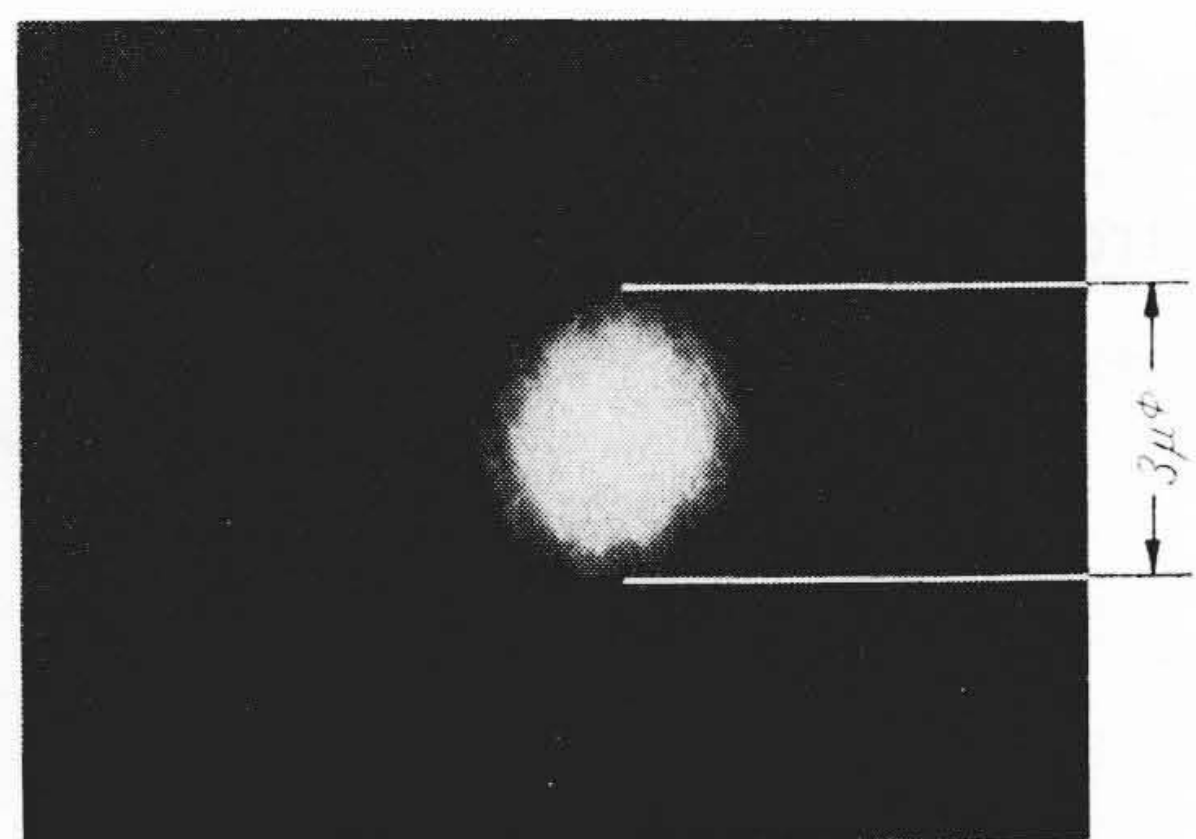


第1図 HU-11 形高性能電子顕微鏡

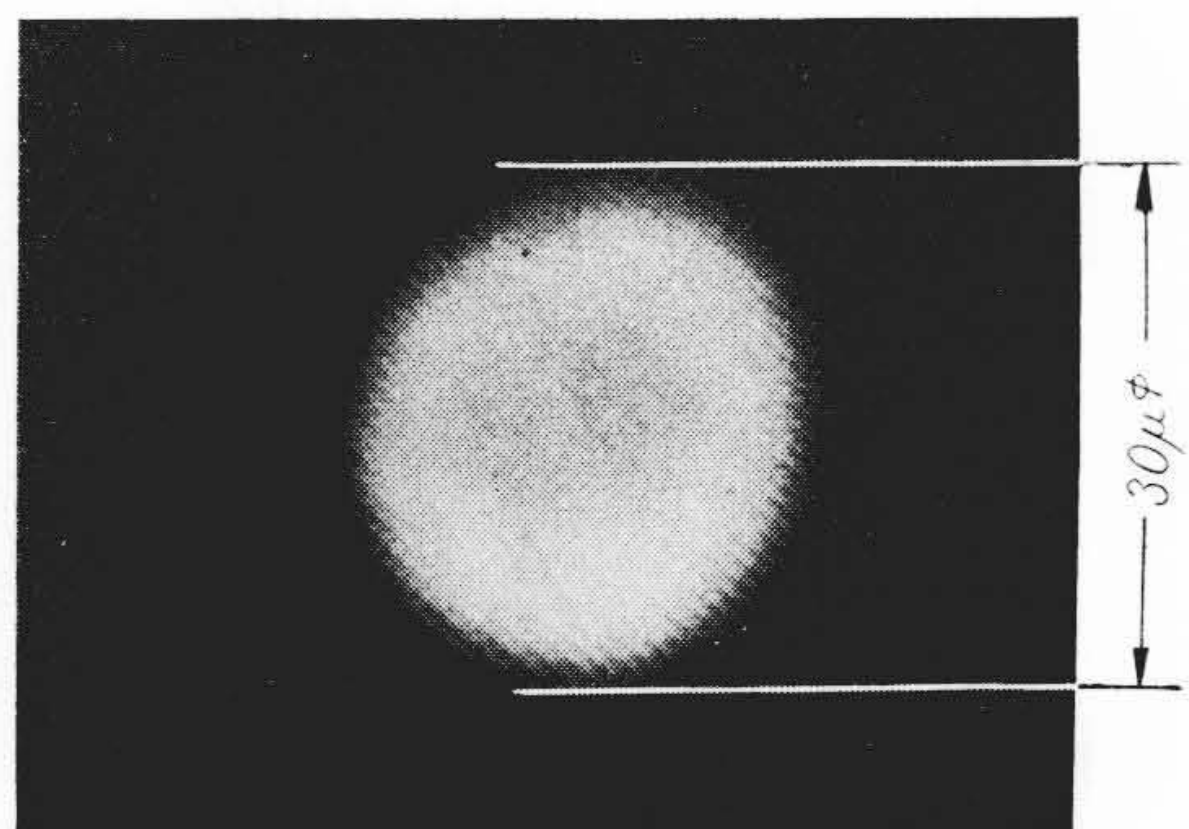
計されたHU-10形は、分解能においてはほぼその目的を達し、当時としては、世界最高である $10 \text{ \AA}$ の分解能を保証する電子顕微鏡として、世界の注目を集めた。1956年にその緒を開いた電子顕微鏡の海外進出は、HU-10によってその基礎を固めつつあったが、輸出台数の増加とともに多くの改良すべき点が明らかとなり、輸出を目標にしたHU-11の出現を促進させたのである。われわれは、HU-11を語る前にまずHU-10の特長を述べねばならない。

第一の特長は加速電圧の高圧化である。HU-9形までは電子の加速電圧は50kVが採用されていたが、試料作製の技術が進み、その応用範囲が拡大されるに従って、電子線速度の大きいものが要求されるようになった。HU-10ではあらゆる応用を満足させるために、50, 75, 100 kVの三種の加速電圧を自由に切替えて使用できるように改良された。すなわち生物、有機物などコントラストを要求される試料のためには50kVを、通常は無機物結晶などには分解能を目的とした75kVを、そして金属や無機結晶など電子線の透過力を必要とし、同時に電子回折をも高精度で行うためには100kVを使用するのである。

第二は二段集束レンズ(ダブルコンデンサ)による電子線束の微小化である。従来電子線の集束には1個のレンズによるシングルコンデンサ方式が採用されていたが、この場合の電子線の照射面積は数百平方ミクロン以下にはなし得ず、試料の温度上昇、汚染などによ



(a) ダブルコンデンサ



(b) シングルコンデンサ

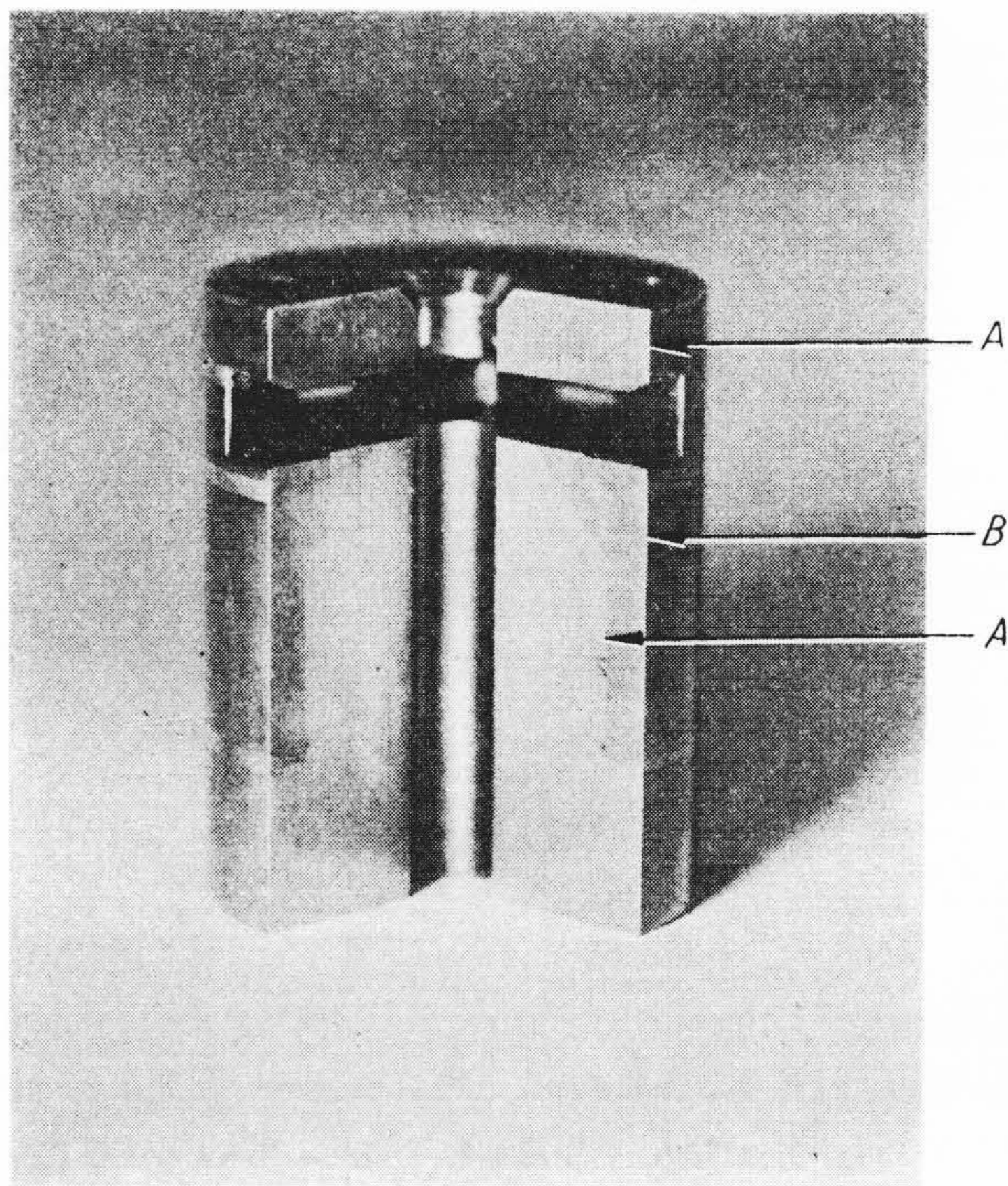
第2図 電子線サイズ

る損傷が避けられなかった。ダブルコンデンサは、電子銃より発射された電子線を強力な第一コンデンサで縮小像として第二コンデンサの前焦点位置に集め、第二コンデンサでその一部を試料上に集中させるものである。これによって試料面上での電子線の照射面積を数平方ミクロン以下にすることが可能となり、試料の保護に加え余分な散乱電子を減少させてコントラストの増加に成功した。

第三は軸外色収差補償レンズ系の採用である。電子顕微鏡の分解能を決定するものはレンズ系の球面収差、非点収差、軸上および軸外色収差であるが、これらを小さくする方法に関し、日立製作所中央研究所において従前から綿密な研究が重ねられていた。その結果として対物レンズの励磁方式とレンズの形状および工作法を明らかにし、投射レンズあるいは中間レンズに適当な条件を与えれば、対物レンズを強励磁で使うことが軸上色収差をきわめて小さくすると同時に軸外色収差係数をほとんど零にする条件と一致することも明らかにされた^{(1)~(4)}。すなわち対物レンズでも投射レンズでも、弱い励磁では電子の加速電圧が高まるにつれて焦点距離も長くなるが、ある励磁の強さでは電子の速度が少しくらい変わっても焦点距離は不変となり、さらに強い励磁では速度が増すと焦点距離が逆に短くなる。このことは倍率色収差係数の零となる特定な励磁アンペア巻数が存在することを意味する。これに反し回転方向の像のズレの量は励磁の強さの増加とともに単調に大きくなるから、2個のレンズを逆極性につなげば合成の回転方向のズレは相殺できる。したがって対物、投射両レンズを適当な励磁条件で組合せれば、倍率回転を含めた合成の軸外色収差をほとんど零とすることが可能である。HU-10のレンズ系はこの条件を満足するように設計され、これによって高圧電源安定度の負担を軽減して像の平均性能向上に成功した。

第四に無電撃電子銃の採用である。従来電子加速のための高電圧は電子銃のが子部に露出配線に近い形状で接続されていたが、HU-10では日立特製のレントゲンケーブルをが子の中までそう入し、高圧トランス側も電子銃側も高圧部が露出されていない完全無電撃方式を採用した。

第五は第二コンデンサおよび対物レンズの絞りに白金を採用し、

ブロックレンズの内部構造を示す
A: 磁性体 B: 非磁性体

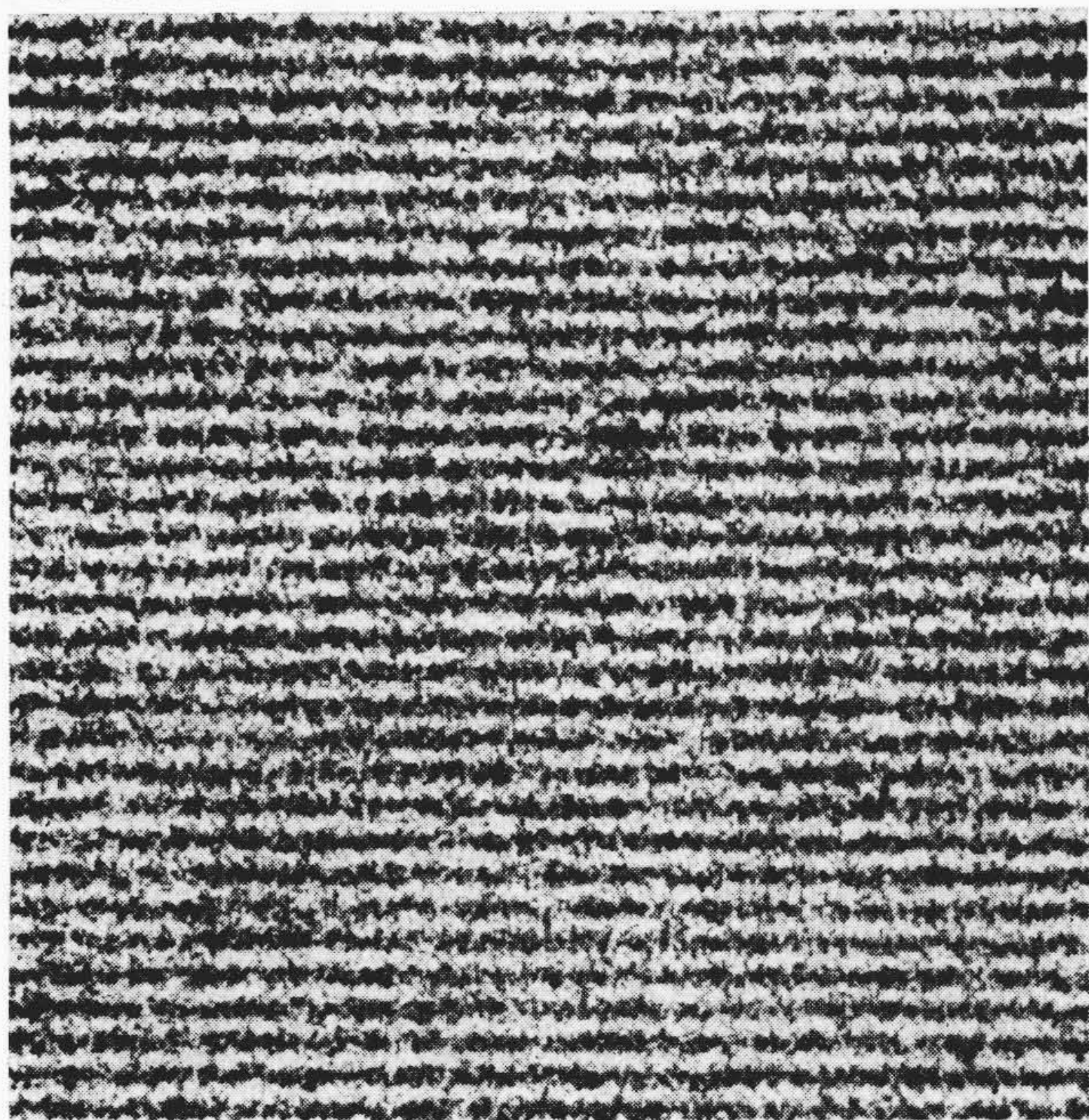
第3図 電子レンズ

絞り孔径もサイズの異なったもの各々3個を取付けて使用するようにしたことである。絞りは電子線の長時間照射によりしだいに汚染して像障害を起すことがあり、他の部分に比して掃除する回数が多い。白金であれば酸洗あるいは赤熱させることにより油脂、ゴミなどによる汚れを短時間で洗浄することができる。

以上特に重要な五つの改良点をあげたが、このほかにも電子回折試料室、多数枚撮影可能なカメラ室、タレット方式の投射レンズの採用による広範囲の倍率可変、合理的な排気系など性能向上に伴う付帯的改良が行われた。中でもレンズの研究は特筆すべき改良の例で、日立独特のブロックレンズは色収差補償のレンズ系に使用して分解能 10Å の保証を容易にした。

このようにして高性能を認められた HU-10は、国内のみならず欧米への進出にも成功したが、高性能に重点を置かれた HU-10はその取扱上、機構に不備な点を残していた。特に欧米からの反響として取扱容易な装置への改良が要望され、ここに機構的な大改良を加えた HU-11 形の誕生を見たのである。

HU-11 の目標は、保守の容易と相まって保証分解能 10Å が 100% の確率で得られるということであった。このような高分解能は電子顕微鏡がつねに最良の状態におかれることによつてのみ可能である。まず第一に軸調整の容易さをねらった改良が行われ、第二に清掃保守をねらった改良が行われた。電子顕微鏡のレンズ系統、電気系統、真空系統が完全である場合分解能を左右するのは電子線通路の汚染である。電子線はレンズ系の狭い通路を通ってくるから、もし通路の壁に電気の不導体が付着していればそれは帯電して通過する電子線を乱すことになる。一般の電子顕微鏡は鏡体を分解して通路の清掃を行っているの、ついその掃除がおろそかになり、性能も十分に発揮できないことがある。HU-11 においては電子銃部、上部試料室、回折試料室が大きく開き、鏡体を解体することなくここより手をそう入して電子レンズをはじめ電子線通路の清掃を要する部分をすべて取出すことができるので、必要に応じて誰でも容易に掃除が行える。第二コンデンサ、対物の両絞りは HU-10 と同様白金絞りを採用しているから、これも清掃が容易である。このようにして



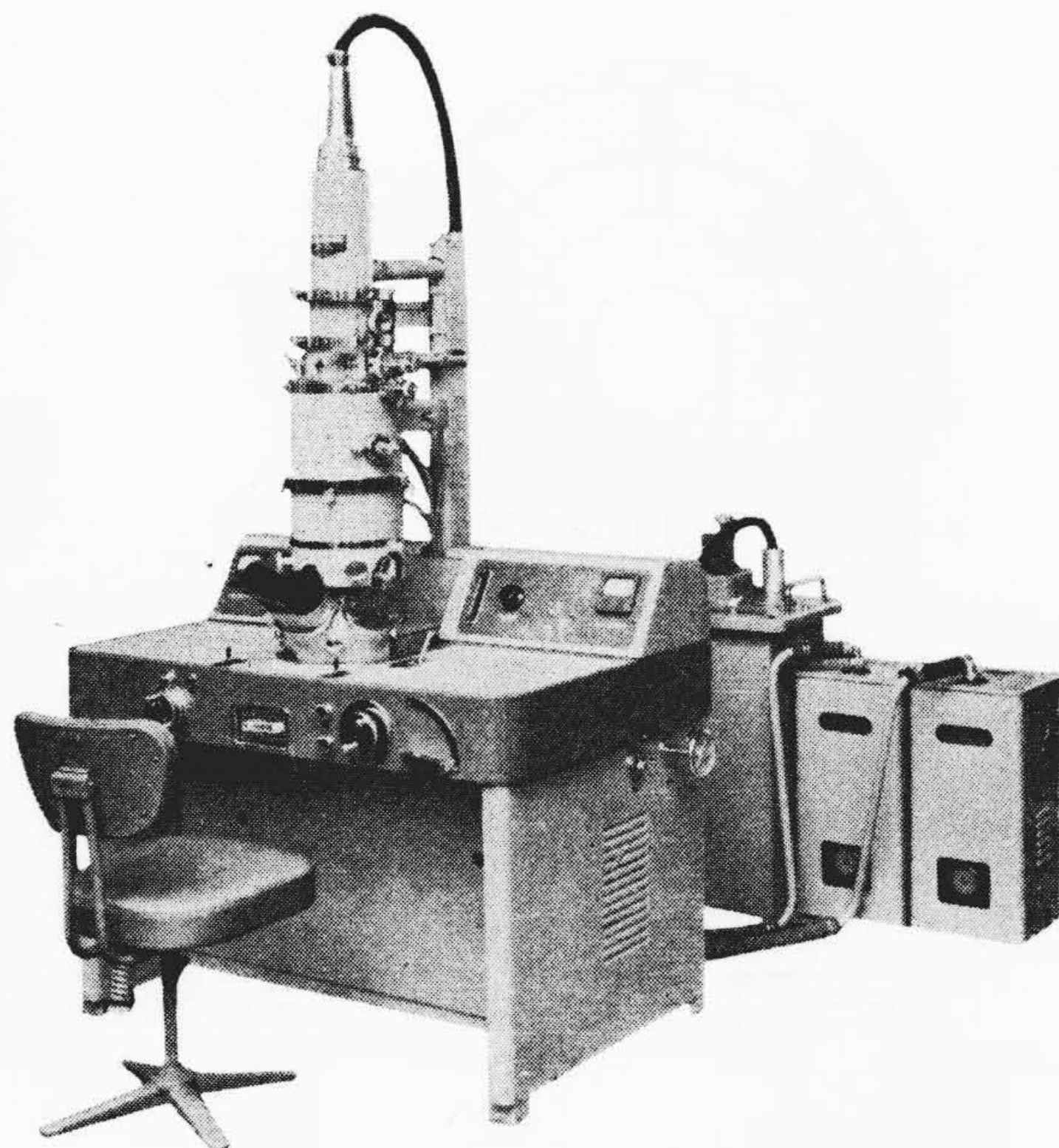
第4図 分解能試験に使用される Cu-Phthalocyanine 格子(12.6Å)の撮影例

つねに最良の状態に保守することが可能になり、10Åの保証はさらに確実性を増した。

HU-11ではさらに倍率範囲の拡張を行った。従来の電子顕微鏡は最高倍率10万ないし15万倍であるが、HU-11の実用最高倍率は25万倍を可能とした。一般に電子顕微鏡は倍率の二乗に反比例して終像が暗くなり、単に倍率のみを拡大しても実用性に欠けるきらいがあったが、中央研究所における電子銃の研究はこの壁を破り、電子線密度の驚異的な改良に成功した⁽⁵⁾。従来は終像を明るくする手段として電子線量を増していたが、電子線量の増加は試料の破壊を促し、あわせて帯電、発熱などによる像障害を伴ない、高分解能を得ることは不可能に近かった。HU-11では電子線量を増すことなしに速度分布の様な密度の高い電子線束を得ることに成功し、ダブルコンデンサと併用して試料の微小部分のみを照射する結果、試料の汚損や破壊その他の像障害を極力少なくすることができ、高倍率、高分解能が可能となったのである。

最近では電子顕微鏡の分解能を確認する方法として、染料の一種である Cu-Phthalocyanine 結晶の格子間隔 9.8 Å および 12.6 Å の撮影が行われている。HU-10では特に熟練した者でも撮影確率20ないし30%であったが、HU-11に至って確率80%以上となり、ある程度の経験者であれば誰でも撮影が可能になった。わずか二年前までは Cu-Phthalocyanine の撮影は熟練者の特権のごとく考えられていたものが、最近では日常茶飯事となった。これは HU-11 の改良目標が当を得ていたことを示すものである。さらに HU-11 には対物レンズの非点補正装置が組込まれている。非点補正装置は HU-10 においてすでに採用され、その有用性を認められたが、HU-11 ではこれを使いやすく改良し、対物絞りの汚染によるわずかの非点収差も完全に補正できるようになった。このようにして HU-11 の最高性能はほぼ理論値に近い分解能を示し、塩化白金カリの格子間隔 5.6 Å の撮影にも成功したのである。

HU-11 の発展はめざましく、完成そうそうの1960年にすでに17台の輸出をみた。1961年は7月までにすでに25台の輸出が約束されている。高性能電子顕微鏡としての今後の動向はさらに電子加速の高電圧化に向かうであろう。



第5図 普及形 HS-6 電子顕微鏡

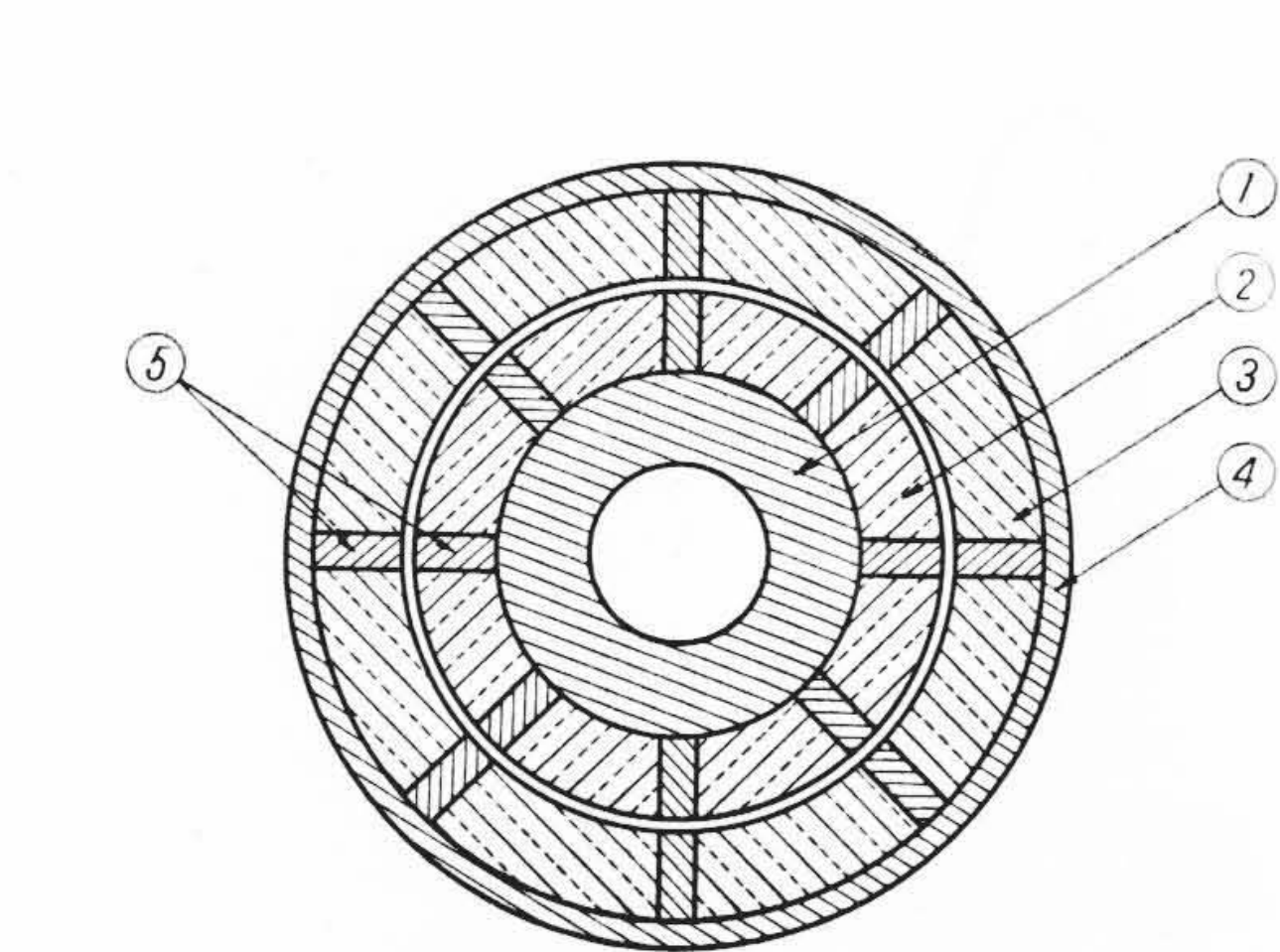
3. 普及形電子顕微鏡としての HS-6

普及形としての条件は、

- (1) 高度の電子顕微鏡技術者でなくても簡単に操作できること。
- (2) 数多くの試料をじん速に観察し、容易に写真撮影できること。
- (3) 保守点検が容易であること。
- (4) 据付調整が簡単で設置場所に特殊な条件を要しないこと。

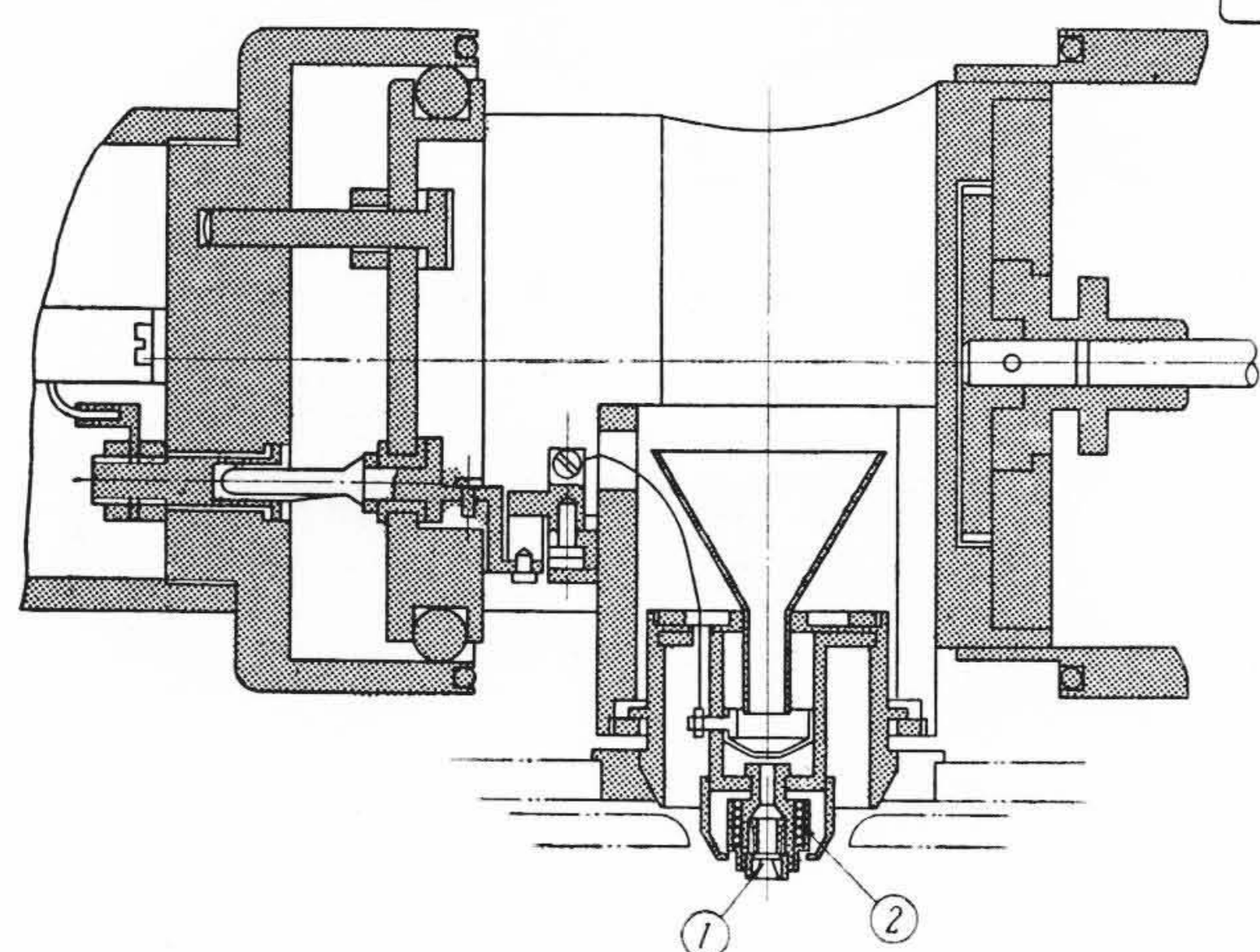
である。HS-6 形は HS-1 形以来の普及形の長所に、HU-10 形高性能電子顕微鏡で使用され、好評を博した試料室、観察室、カメラ室および白金製対物絞りを取入れ、常時高分解能を発揮できるように設計された。さらに HS-6 の特長はコンデンサ、対物、中間、投射の各レンズ励磁のために永久磁石を採用していることである。一般の電子顕微鏡は電磁コイルによって電子レンズを励磁しているが、このためには非常に安定度の高い電源を必要とする。励磁に永久磁石を使用すれば励磁電源を必要とせず、装置が簡単になるとともに保守操作が容易になり、しかもその高度の安定性から高い分解能が期待できる。永久磁石励磁方式は上記のような特長を持つため、最近の磁石鋼の進歩とともに電子顕微鏡の電子レンズの励磁に漸次使用されつつある。日立 HS-6 形は永久磁励磁方式による多目的電子顕微鏡として実用化された世界最初の HS-4 形を改良したもので、収束および中間レンズとして並列励磁3磁極レンズを、対物および投射レンズとして2磁極レンズを使用し、全電子レンズが永久磁石励磁となっている。本電子レンズ系の構成によれば広範囲の倍率変化制限視野電子回折、反射および透過の高分解能回折などが可能である。対物レンズの焦点合せは励磁石の漏えいパーミアンスを機械的に変化する方法がとられている。図に示すように非磁性体からなる2個の同心円環中に放射状に数本の磁性体棒をそう入したものを対物レンズの内部継鉄と外部しゃへい円筒の間に配置し、その磁性体棒がたがい一致するか食い違うかにより、永久磁石の減磁線上の動作点をわずかに移動させ、対物レンズに加わる起磁力を変化させている。これにより焦点距離を約 250μ の範囲に微細かつ安定に変化させることができる⁽⁶⁾。

永久磁石を使用する上で問題になるのは経年変化であるが、当社

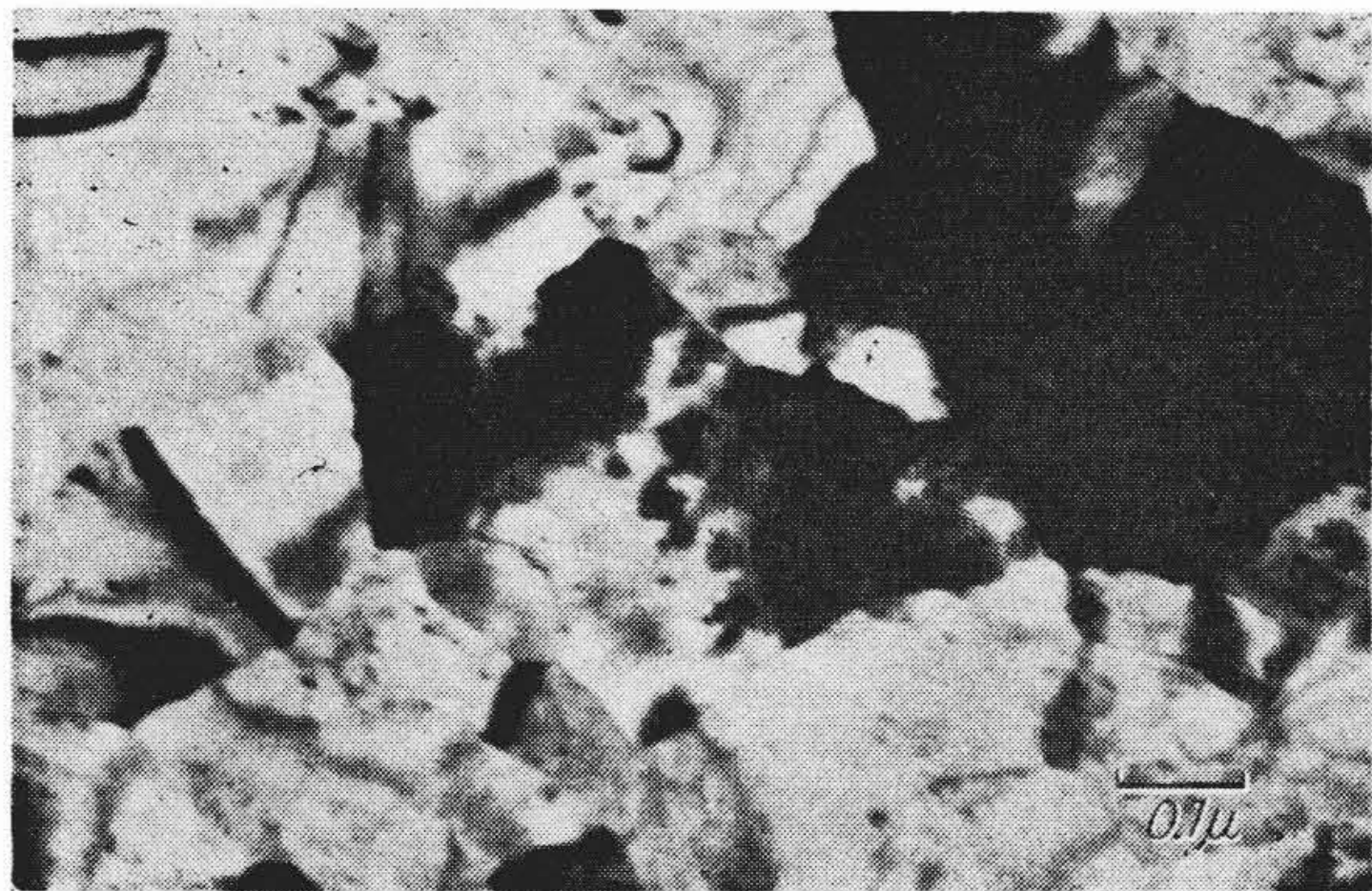


① 内部継鉄 ④ 外部円筒
② 固定環 ⑤ 磁性体片
③ 可動環

第6図 磁気焦点合せ装置



① 試料 ② ヒーター
(A) 試料加熱装置構造図



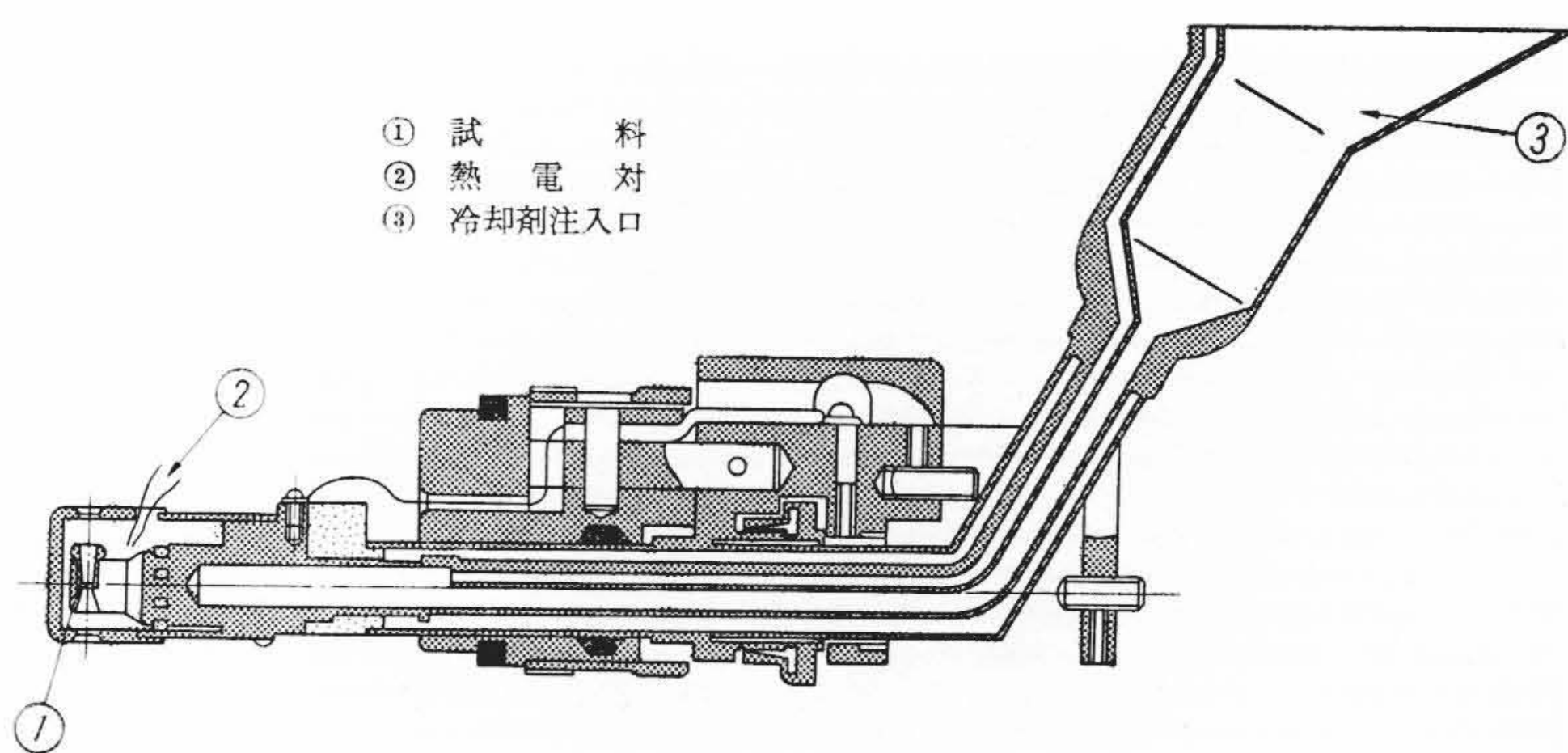
(B) 撮影例 (Al-銅蒸着膜を300°Cに加熱して撮影したもの)

第7図 試料加熱装置

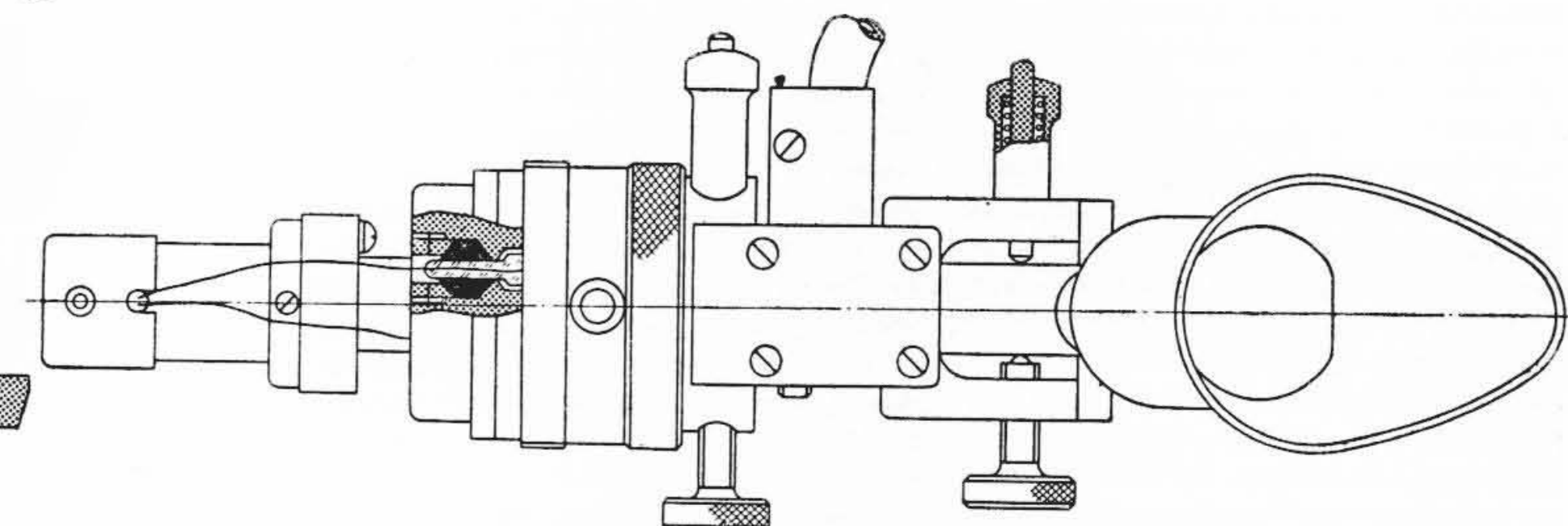
は計器製作に長年の経験を有しており、その経験を生かして設計上の安全係数を十分大きく取ってある。HS-6では設計上の安全率は15%以上で、自然減磁率は0.05%以下である。

このように、安定した磁気回路に日立独特のブロックレンズを入れた結果は加速電圧50 kV、倍率2,000~20,000倍可変で、普及形としては分解能25Åを保証し、Cu-Phthalocyanineの撮影も可能とすることに成功した。またHS-6は電子顕微鏡だけでなく電子回折装置としても使用可能で、普及形でありながら多目的に使用できるということは本機の大きな特長の一つである。

現在商品として永久磁石を使用した多能形電子顕微鏡は世界にも例がなく、1958年ベルギーで開催された万国博覧会においてグランプリを受与されている。今後の普及形電子顕微鏡としては、さ



① 試料
② 熱電対
③ 冷却剤注入口



第8図 電子回折用冷却装置

らに使いやすくするため、操作の自動化に向かうものと予想される。

4. 電子顕微鏡用各種付属装置

電子顕微鏡の応用分野が拡大されるにしたがい、試料をいろいろな条件で観察する試みがなされるようになった。そのためにはその目的にしたがって試料を保持する必要がある、通常の透過形電子顕微鏡に取付けて実験目的を満足せしめるような特殊付属装置が要求されてきた。以下その主要なものについて装置の概要と応用例を述べる。

4.1 試料加熱装置

電子顕微鏡、電子回折とも、試料の熱変化の状態を観察するもので、合金の研究などには特に有用である。第7図の写真は銅-アルミニウムの蒸着薄膜を300°Cに加熱したとき元素金属の結晶格子の大きさの差によって現われる干渉しまである。線間隔は40Åを示している。

4.2 試料冷却装置

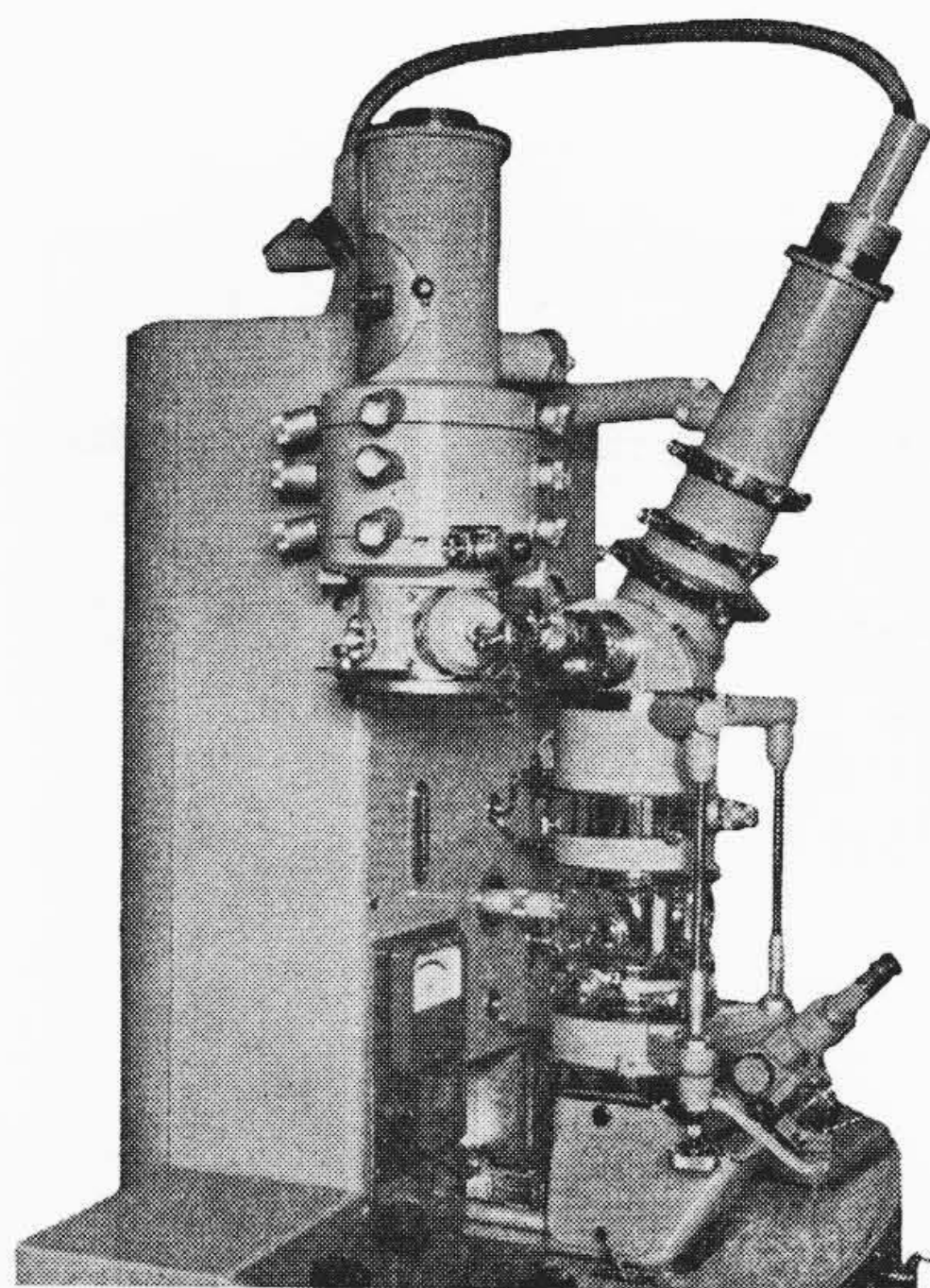
電子顕微鏡用と電子回折用とがある。いずれも有機化合物など熱的变化を生じやすいものを冷却状態で観察するために必要である。第8図は電子回折用冷却装置の一例である。

4.3 反射電子顕微鏡装置

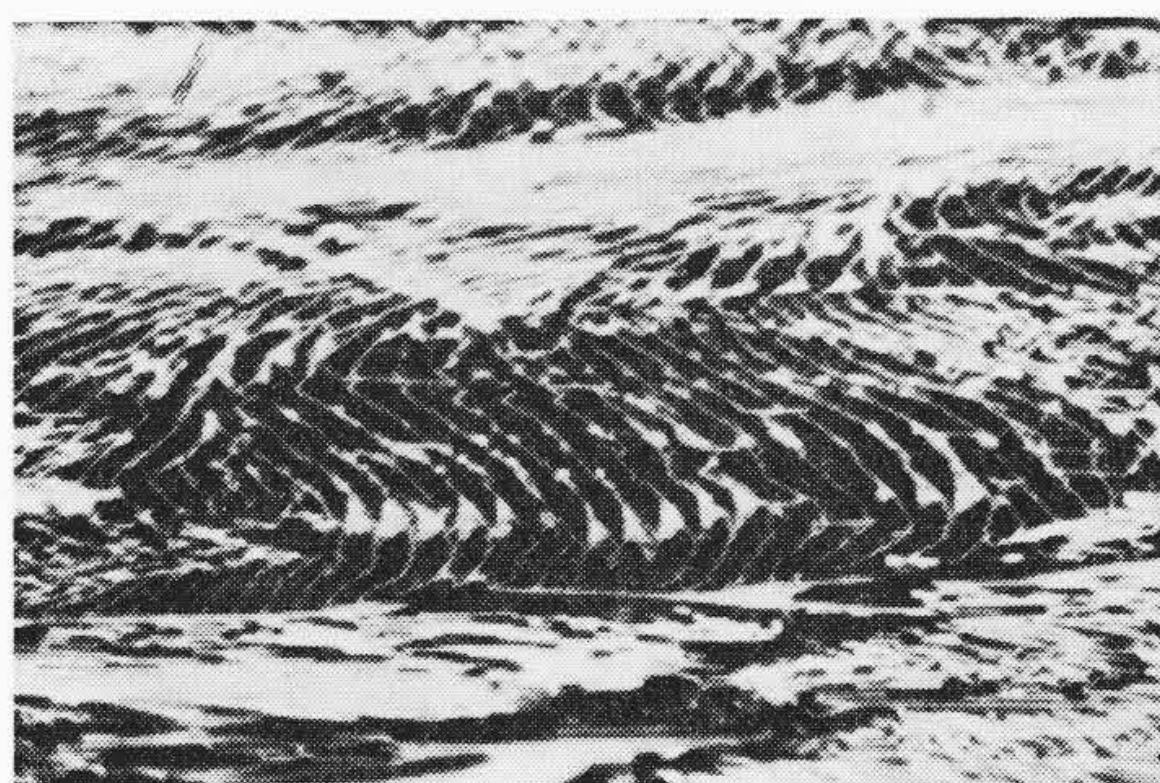
電子線は物質を透過する力が弱いので厚い試料の観察は不可能である。金属試料などはレプリカ法によって表面の形状を薄いフィルムに写しとり、これを観察しているが試料表面を直接観察する要望を満たすために反射電子顕微鏡装置がある。試料面を電子線で斜方向から照射し、その反射電子線をレンズ系で結像せしめるため、高分解能は望めないが一応の目的は達せられる。第9図の写真はその装置とパーライト組織の撮影例である。

4.4 ステレオ観察装置

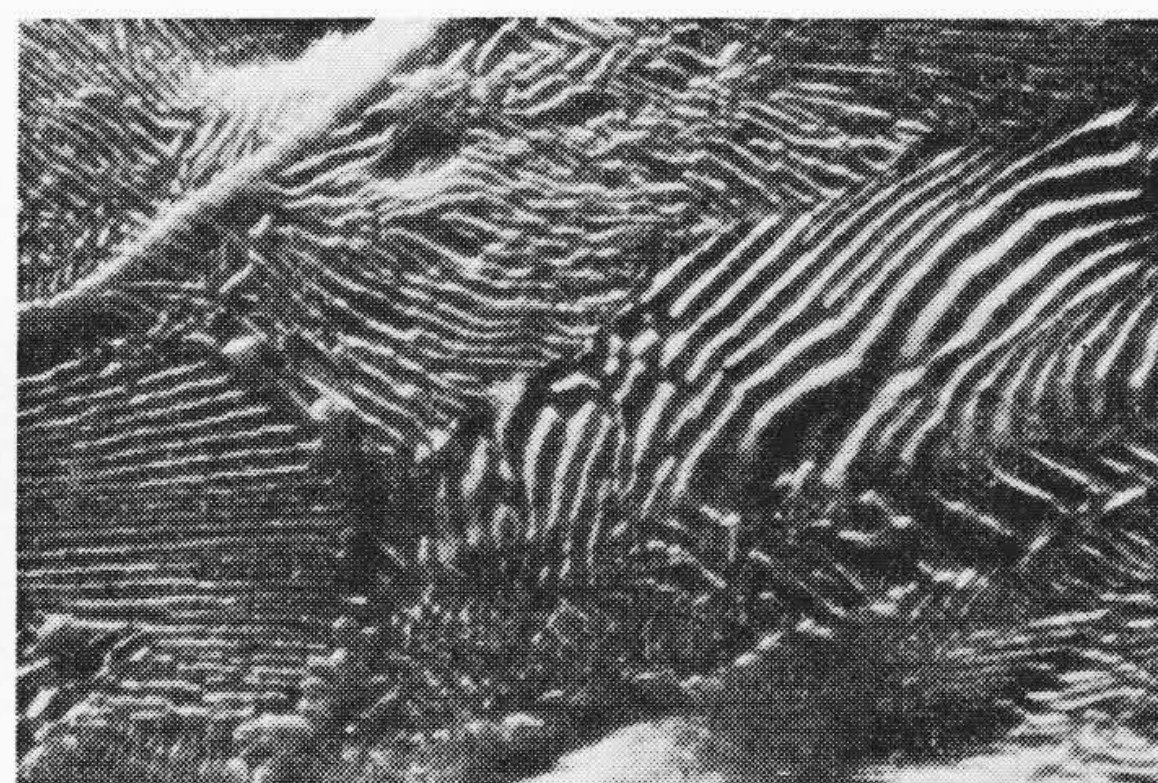
電子顕微鏡は焦点深度が深いのである程度試料を傾斜させても一樣に焦点を合わせることができる。これを利用して同一視野を10度ないし15度異なった方向から撮影し、立体観察鏡をと通して見れば粒子の集合状態や表面の凹凸が立体的に観察できる。第10図は本装置の構造図と撮影例である。このステレオ装置の特長は立体観察のほかに結晶の方向性を観察する試料傾斜装置としても有効であ



(a) 装置外観 (30° 傾斜の場合)



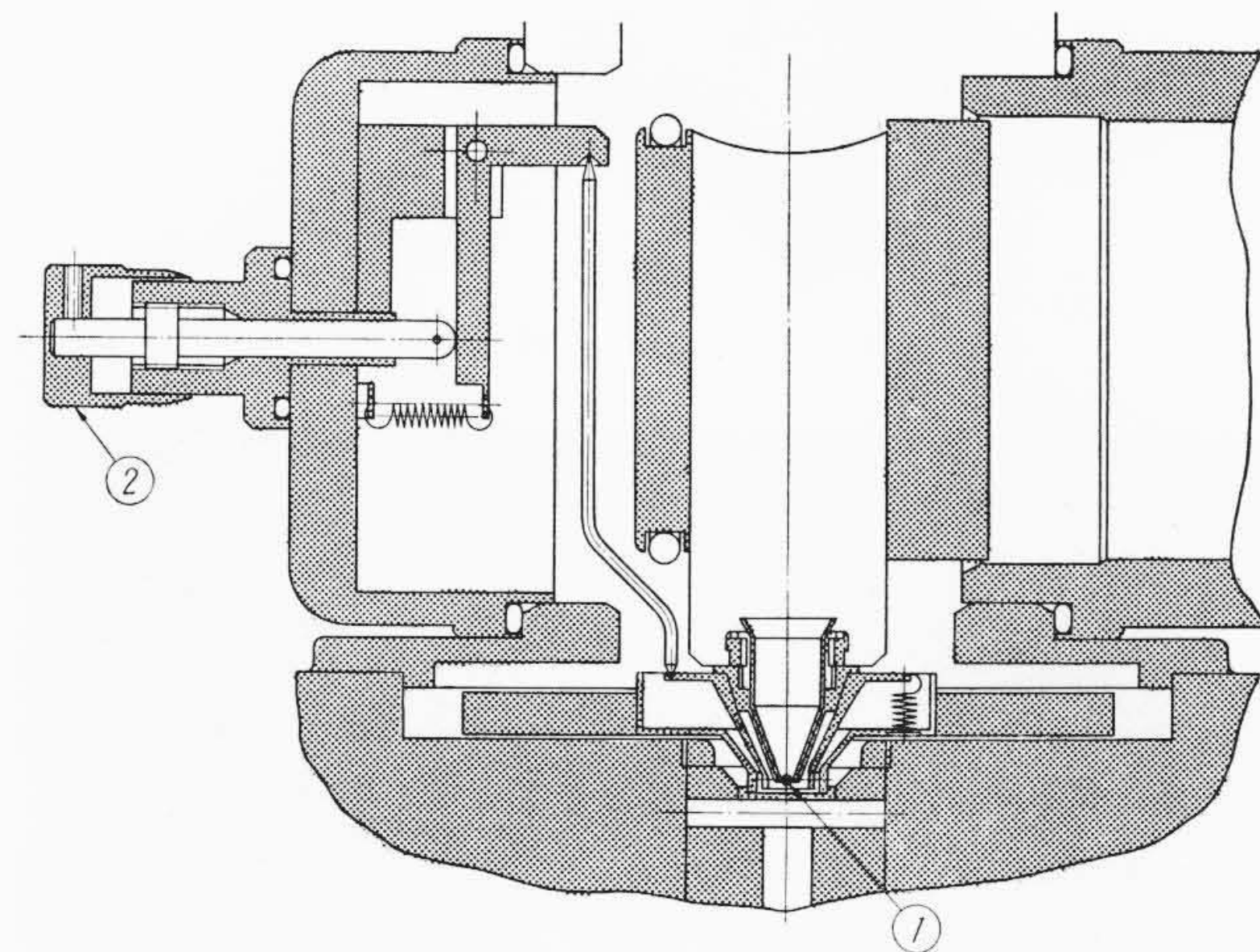
(b) 8° 反 射 像



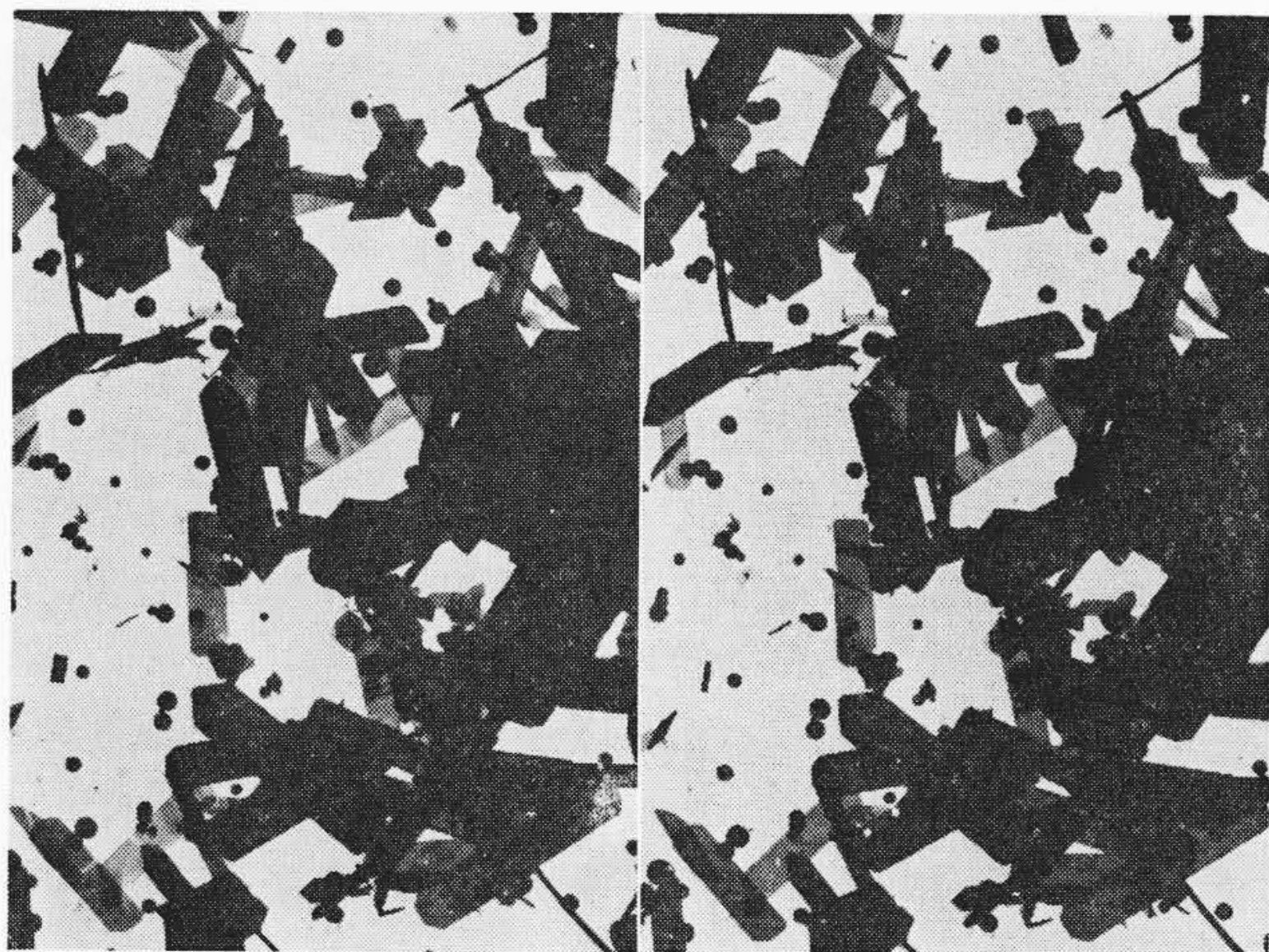
(c) 30° 反 射 像

(b, c) 撮 影 例 (パーライト)

第 9 図 反 射 電 子 顕 微 鏡



① 試 料 ② 傾斜調整ネジ
(a) 構 造



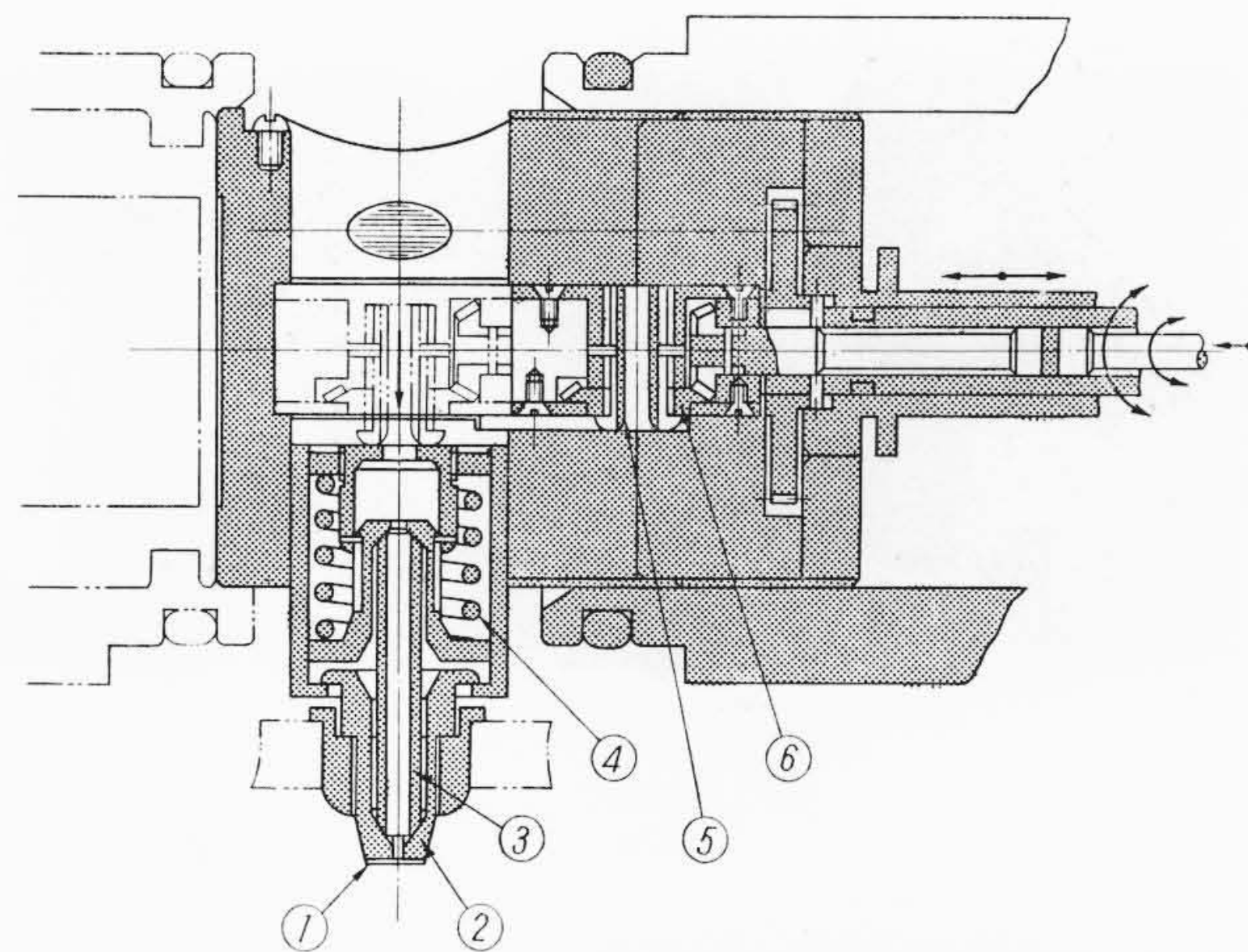
(b) 撮 影 例 (酸化モリブテン 2μ)

第 10 図 ス テ レ オ 装 置

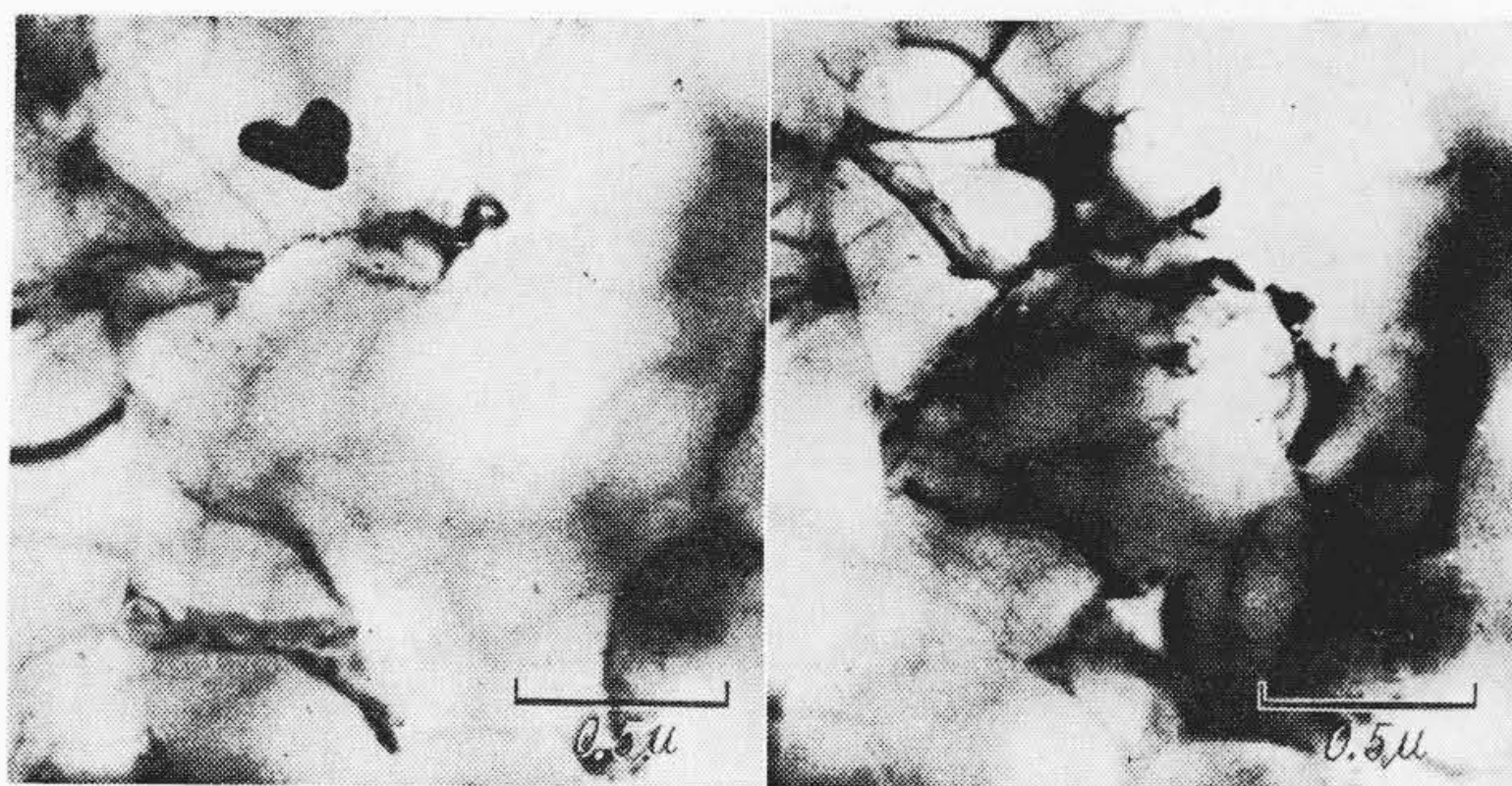
る。このために傾斜角も ± 10 度可能で傾斜角度を外部から読みとることができる。

4.5 試料ひずみ装置

金属薄膜、プラスチックフィルムなどはストレスを与えると結晶相互間に変化が起きる。これによって結晶の内部ひずみの状態を類推しようとするもので、電子顕微鏡で観察しながら外部より引張り



① 試 料 ③ 押 棒 ⑤ 押圧ネジ
② 試料ひずみ台 ④ スプリング ⑥ ギヤ
(a) 構 造



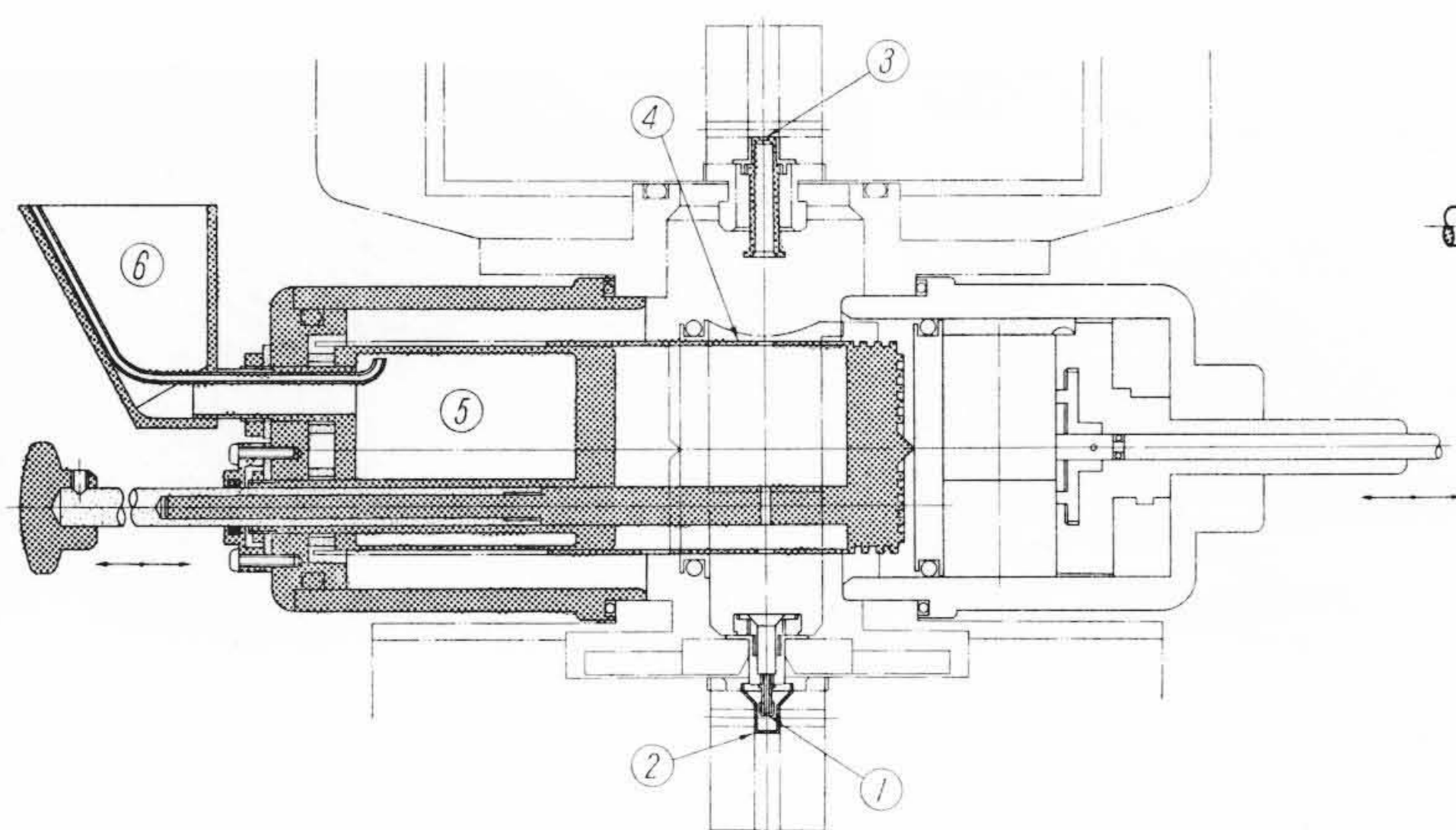
(b) 撮影例 ひずみ前 0.5μ (c) 撮影例 ひずみ後 0.5μ

第 11 図 試 料 ひ ず み 装 置

のひずみを与え、結晶の模様の変化を観察する装置で、第11図はその構造、写真はアルミニウム薄膜の撮影例である。この装置の特長は機械的にひずみを与えているので任意のひずみ状態で停止させることができ、再現も可能なことである。

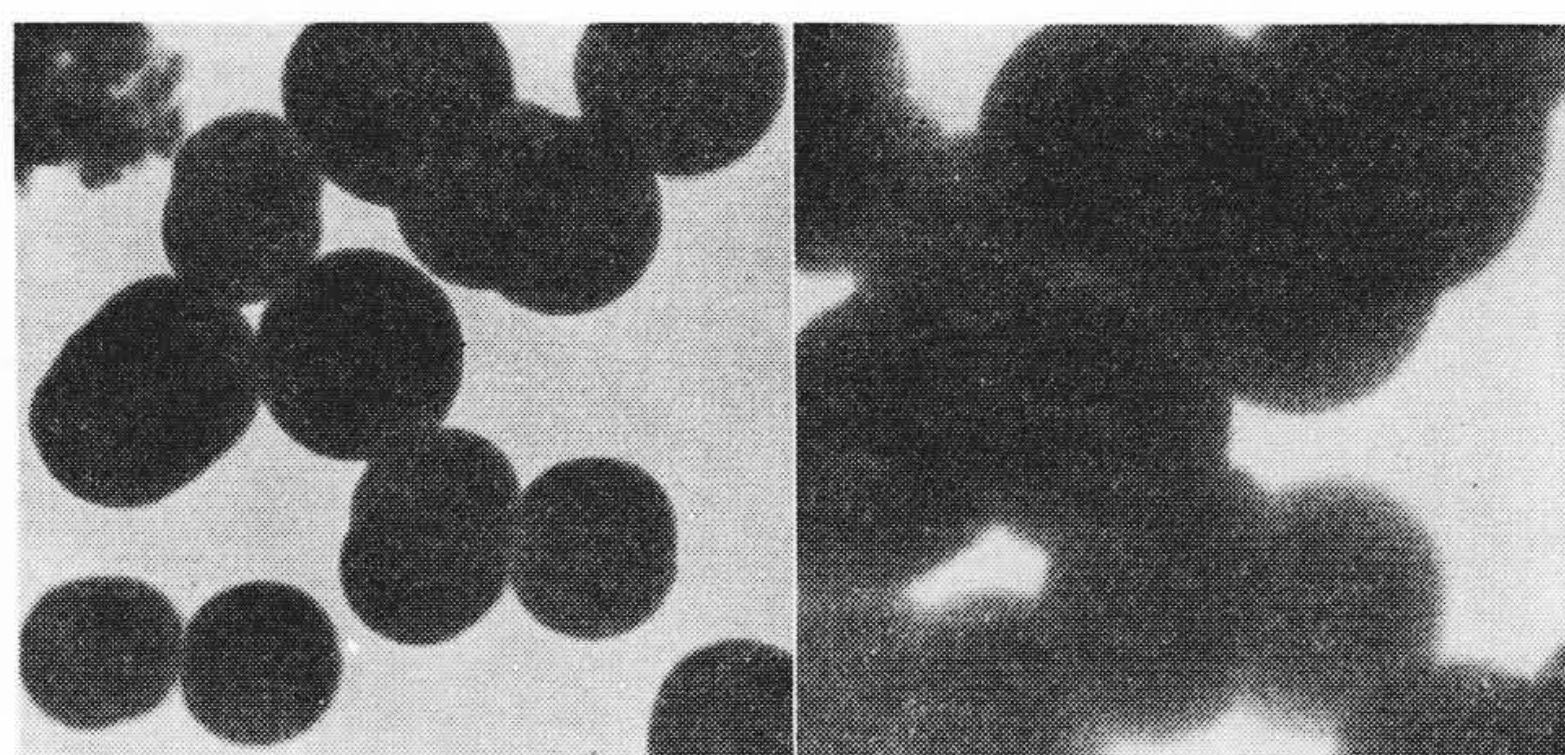
4.6 試料汚染防止装置⁽⁷⁾

電子線に照射されている試料は鏡体内のガス分子などを吸着して汚染しやすい。粉体試料などは汚染のために粒状の変化やサイズの増大を示し、観察を誤ることがある。この有害ガス分子を除けば試料の汚染も減少し、完全な形で観察できる。第12図はHU-11用の汚染防止装置で試料室に取付けて電子線通路の有害ガスを強制吸着除去し目的を達する装置である。また写真はその使用例である。



① 試 料 ③ 絞 ⑤ 冷却トラップ
② 絞 ④ ガス吸着円筒 ⑥ 冷却剤注入口
(a) 構 造

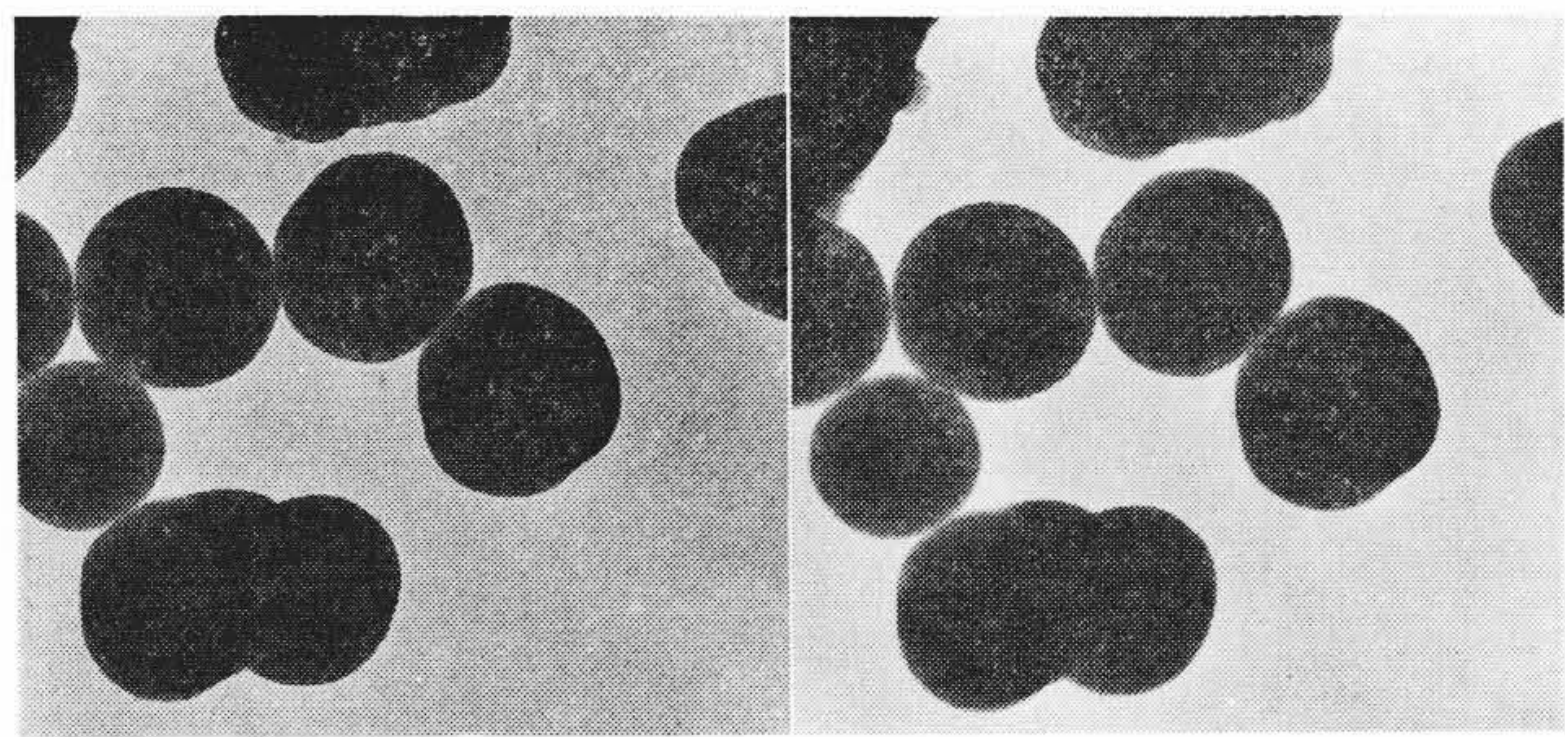
第 12 図(a) 汚 染 防 止 装 置



(b) 0 分 (c) 5 分後

0.1μ

汚染防止装置使用せず



(d) 0 分 (e) 5 分後

0.1μ

汚染防止装置使用

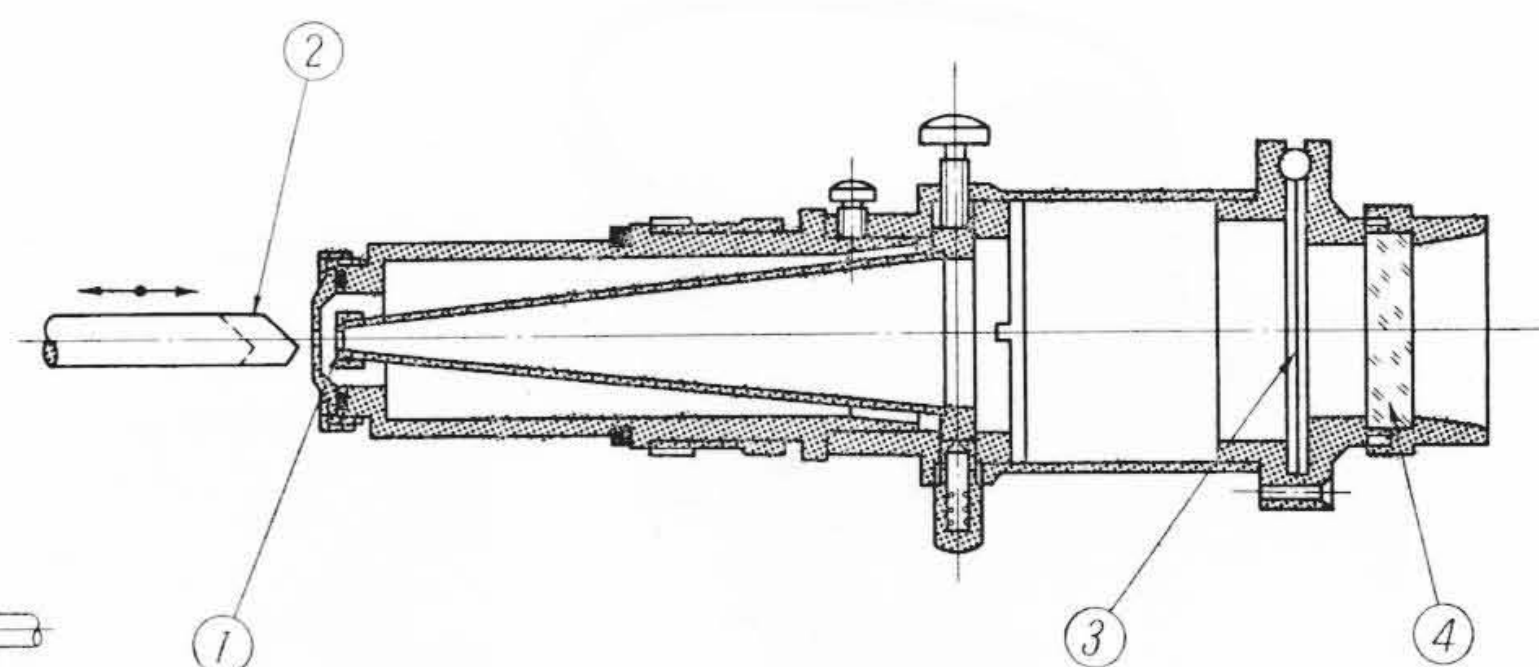
第 12 図(b~e) 撮 影 例

4.7 そ の 他

細い電子線をターゲットに当て数ミクロンのX線源を利用したX線顕微鏡装置や、電子回折などの場合、試料面の帯電を防ぐスプレーガンなどの付属装置がある。また生物試料などの超薄切片を作る超ミクロトーム、レプリカやシャドウィングに使用する真空蒸着装置がある。

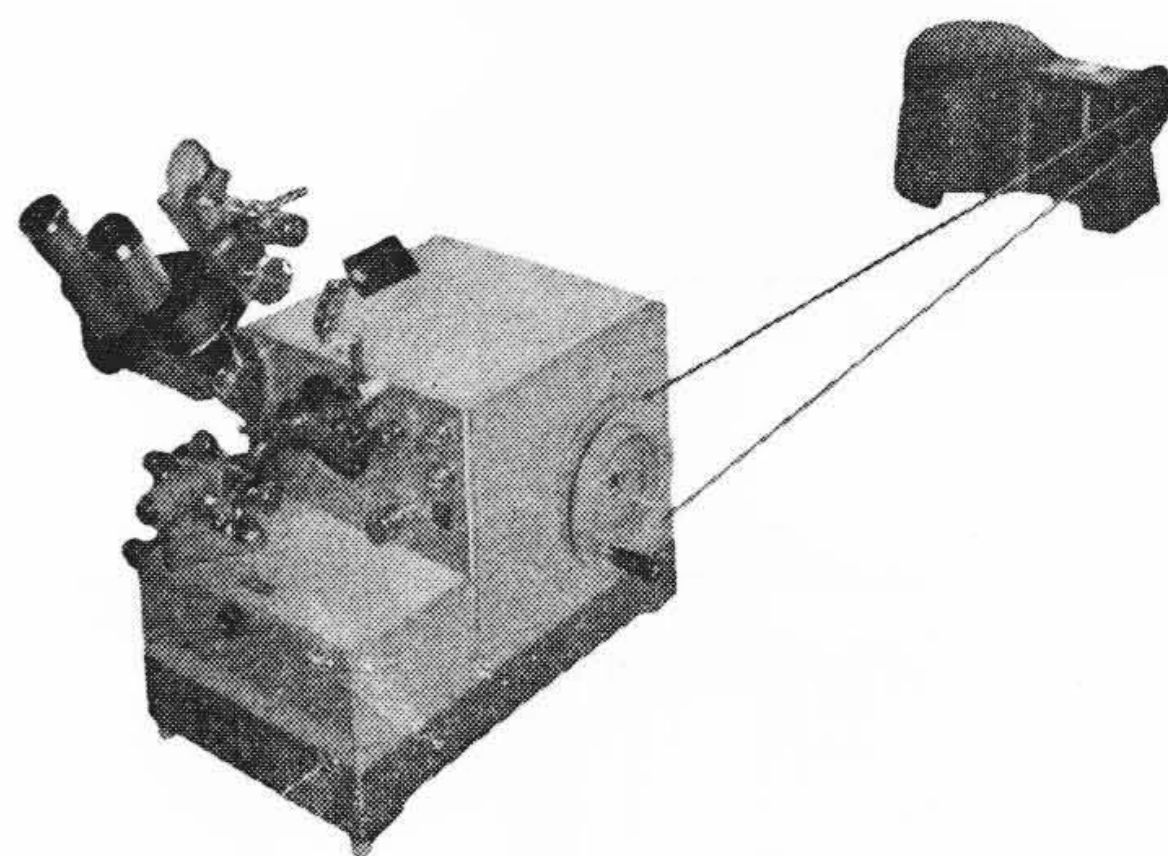
5. 結 言

以上最近の電子顕微鏡の代表例として日立電子顕微鏡をあげたが、電子顕微鏡の理論的研究は峠を越し、保証性能を最高度に発揮

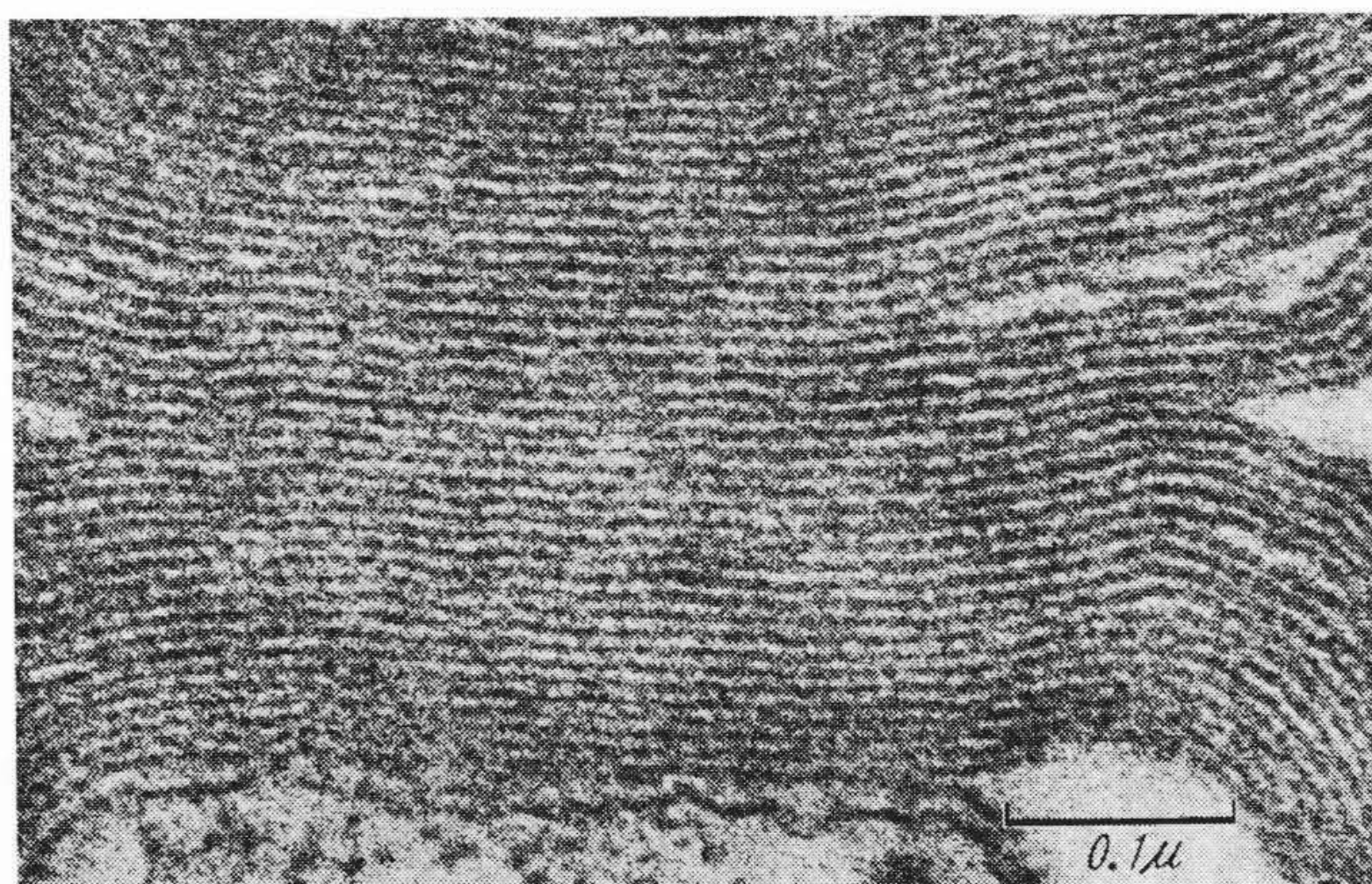


① 試 料 ③ レントゲンフィルム
② ターゲット ④ のぞき窓

第 13 図 X 線 顕 微 鏡



第 14 図(a) UM-3 超ミクロトーム



蛙脊髄の有髓神経線維鞘の横断像

第 14 図(b) 超ミクロトーム切片の撮影例

できるような安定した機構への改良に進んでいる。特に輸出を伸ばすためには日本人の特技を必要とする機構は極力取除かなければならない。一方応用方面の開拓も活発に行われ、研究目的を満足させるような特殊付属装置の完成、電子加速電圧の上昇などに強い要望がある。われわれは広く各方面の研究者と連絡をとり、その時代の要望に即応した最高級の電子顕微鏡を内外に普及させるよう努力するつもりである。

最後に只野博士をはじめとし研究所、工場において電子顕微鏡の発展に寄与された各位に深甚の謝意を表わす次第である。

参 考 文 献

- (1) Bunya Tadano: Hitachi Review, 19~30(August)1953
- (2) Shinjirō Katagiri: R. S. I. 26, 870~873 1955
- (3) Nozomu Morito: J. A. P. 26, 896~993 1954
- (4) Bunya Tadano, Yoshirō Ōnuma: Hitachi Review, 89~102 (July) 1354
- (5) Tsutomu Komoda, J. Elec. Micro. 8, 8~12 1960
- (6) 菊池嘉夫, 木村博一: 日立評論 40, 943~954 (昭33-8)
- (7) Tsutomu Komoda: J. Elec. Micro. 9, 76~80 1960