
理 化 学 機 器 特 集

HS-7 形電子顕微鏡の諸特性	97
電子顕微鏡用安定電源装置の改良	102
円偏波マイクロ波による電子スピン共鳴	108
熱電対形赤外線検知器の改良	112
原子吸光分析における吸光特性の解析	117
水素イオン化検出器	122
超遠心分析装置による応用測定について	128
KLA-2 形日立アミノ酸分析計	134

HS-7 形 電 子 顕 微 鏡 の 諸 特 性

Characteristics of the Hitachi Electron Microscope, Type HS-7

赤 堀 宏* 窪 添 守 起* 木 村 博 一**
Hiroshi Akahori Morioki Kubozoe Hirokazu Kimura

内 容 梗 概

日立製作所の中形電子顕微鏡としては、永久磁石励磁による HS-6 形が製作されていたが、最近の傾向として中形電子顕微鏡においても応用分野の拡大、性能の向上、操作の簡易化が、ますます要求されてきたので、HS-6 形の特長を生かし、これに改良を加えて HS-7 形の試作を行なった。おもな改良点は永久磁石励磁にコイル励磁を組み合わせて安定性に迅速性を加えたこと、HU-11 形と共通な付属装置の取り付けを可能にして応用分野を拡大したこと、電源や真空系統の操作をすべて押ボタン方式にして操作の簡易化を図ったこと、真空系統と高圧系統に安全装置を設けて保守を容易にしたことなどである。性能的にはレンズ系統に改良を加え、分解能 15 Å、倍率 1,500~50,000 倍を保證することができた。

第 1 表 最近の各国普及形電子顕微鏡の比較

形 式	メーカ	加速電圧 (kV)	分解能 (Å)	倍 率
HS-6	日 立	50	20~25	2,000~20,000
TRS-50	明 石	50	20	1,200~30,000
JEM-T6	日本電子	60	20	500~30,000
Elmiscop-II	Siemens	60, 50, 40	25	300~30,000
EM-100B	Philips	100, 80, 60, 40	15	1,300~35,000
EMU-3	R C A	100, 50	20	1,400~30,000
HS-7	日 立	50	15	1,500~50,000

1. 緒 言

最近の電子顕微鏡の発展はまことに著しく、高性能電子顕微鏡は理論分解能に近い 3~4 Å を得るにいたっており、日立 HU-11 形も電源の安定度の向上、試料の熱的動きを少なくすることなどにより 4.1 Å の撮影に成功し、保証分解能を 8 Å から 7 Å へと向上させることができた。しかしながら一般に高分解能像を目的とする電子顕微鏡は構造が複雑であり高度の操作技術を要する。普及形電子顕微鏡の目的は高度の操作技術を要せずにある程度の研究目的が達せられることにある。さきに発表された HS-6 形は日立製作所独自の永久磁石励磁方式を採用して、保守、操作容易にして安定な性能が得られるという特長をもっているが、最近の市場性からこの種普及形電子顕微鏡をみると、その性能はますます向上し、操作も自動化の方向に向かいつつある。今回、HU-11 形電子顕微鏡の成果および従来の研究結果を取り入れ、一段と飛躍した性能をもつ HS-7 形の製品化を図りほぼ所期の目的を達した。第 1 表は最近の各国の普及形(中形)電子顕微鏡を比較したものである。

2. 本 体 構 造

2.1 像拡大系について

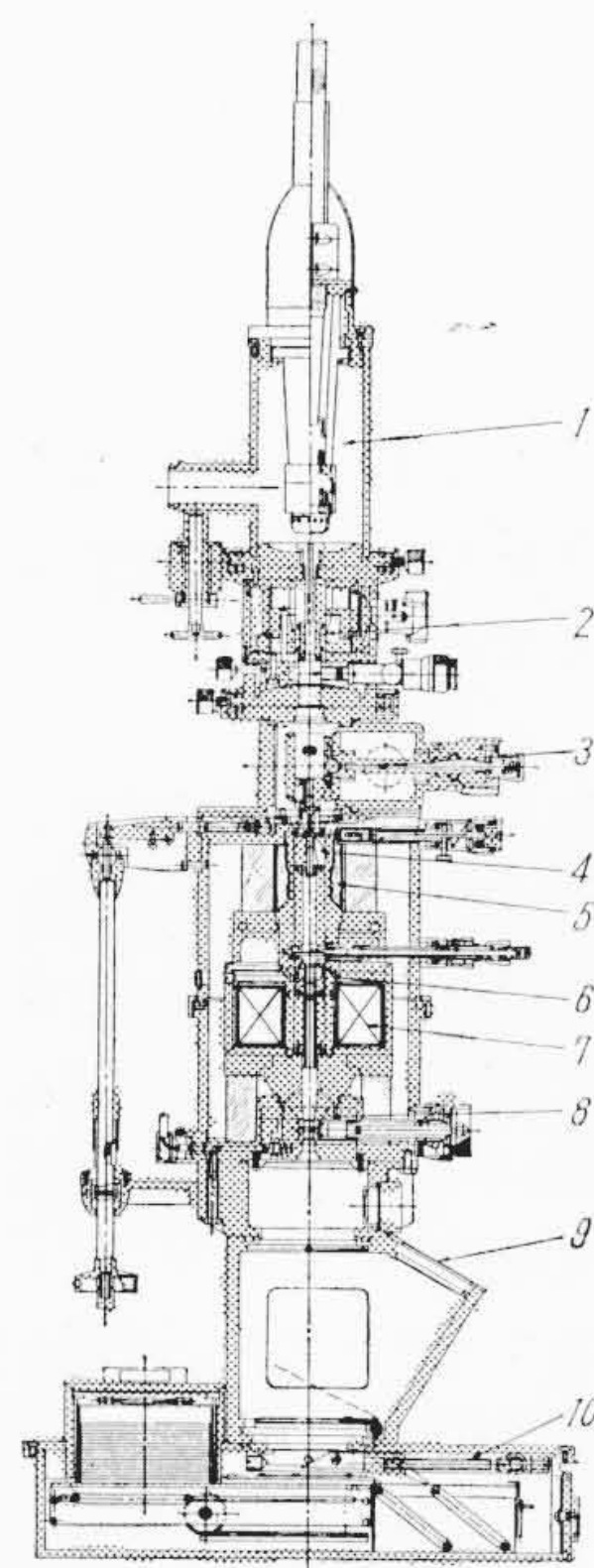
本体の構成断面を第 1 図に示す。結像レンズ系としては対物、中間、投射の三段拡大方式を採用した。

HS-6 形⁽¹⁾においては対物および投射レンズを永久磁石で励磁し起磁力を一定とし、中間レンズの起磁力のみを変化させて倍率の変換を行なっているが、この方式では倍率の変化範囲を広くとることが困難である。HS-7 においては倍率変換比として従来の 3 倍以上を目標としたため、倍率の異なる 2 個の投射レンズポールピースを交換する方式を採用した。対物、中間、投射各レンズの励磁アンペアターンは主として終像倍率、球面および軸上色収差係数と永久磁石の寸法より決定し、それぞれ 2,600~3,000 AT、0~1,800 AT および 2,500 AT とした。中間レンズはコイル励磁方式とし倍率変換を迅速に行なえるようにした。

また各種収差については球面収差、軸上色収差および軸外(倍率および回転)色収差、回折収差、非点収差などを従来の研究データから求め、理論分解能として約 10 Å で設計した。

2.2 磁気回路の構成について

対物レンズの磁気回路には、析出硬化形の永久磁石を使用し、その動作点としてほぼエネルギー積最大の点を使用した。これに組み



- 1 電 子 銃
- 2 収 束 レ ン ズ
- 3 試 料 室
- 4 対 物 レ ン ズ
- 5 焦点合わせコイル
- 6 中 間 レ ン ズ
- 7 中間レンズコイル
- 8 投 射 レ ン ズ
- 9 観 察 室
- 10 カ メ ラ 室

第 1 図 HS-7 断 面 図

合わせる焦点調節用コイルは永久磁石に重畳した。その励磁電源としてはトランジスタを使用した差動増幅回路を採用し、最大アンペアターンは約 400 AT である。対物レンズの励磁はほとんど永久磁石で負担され、焦点調節用コイルはそれに重畳して使用されるのでコイルに要求される安定度はそのアンペアターンの比だけ軽減される。すなわち、コイルと永久磁石の励磁比を 1:8 にとり、励磁電源として 10^{-4} の安定度のものを使用すれば、その実際上の安定度は 1.2×10^{-5} となる。

中間レンズ系としては、HS-6 形では永久磁石励磁を採用し、機械的に漏えいパーミアンズを変化させることにより倍率変換を行なっていたが、倍率変換範囲の拡大に伴い、変換に数秒を要する点が問題で、HS-7 形ではコイル励磁を採用した。励磁電源は対物励磁電源と同様のトランジスタ回路を採用した。また対物レンズと中間

* 日立製作所那珂工場

** 日立製作所中央研究所

レンズの磁路は漏えい磁場の生じない磁気回路の設計および磁性材料の研究により一体化し、対物レンズと中間レンズの電子光学的軸を一致させることに成功した。その結果中間レンズの軸調整が省略でき、操作が簡易化した。なお制限視野絞りを使用し、中間レンズを調節して対物の後焦点像を終像に結ばせることにより結晶性物質の制限視野回折像が得られることは HS-6 形と同様である。

次に投射レンズは倍率の異なる 2 個の電子レンズをターゲット式に交換して総合倍率の可変範囲を広くした。永久磁石励磁の磁場中で電子レンズの磁極片を交換する場合、磁気吸引力の大きさが問題である。今、第 2 図に示すように 2 個の円形の磁極片先端部（半径 a ）が中心間隔 b なる位置に相対しているものとする。2 個の磁極片の重なっている部分の面積 (S) は次式で与えられる。

$$S = \frac{\pi}{2} a^2 - \frac{b}{2} \sqrt{a^2 - \frac{b^2}{4}} - a^2 \sin^{-1} \frac{b}{2a}$$

したがって

$$\frac{dS}{db} = \frac{b^2}{8} \frac{1}{\sqrt{a^2 - \frac{b^2}{4}}} - \frac{1}{2} \sqrt{a^2 - \frac{b^2}{4}} - \frac{\frac{a^2}{2}}{\sqrt{a^2 - \frac{b^2}{4}}}$$

磁気吸引力 F はその間げきのパーミアンスを P_g 、その間げきにかかる起磁力を V_g とすれば次式で与えられる。

$$F = \frac{1}{2} V_g^2 \frac{dP_g}{db}$$

間げきを通る磁束を Φ_g とすれば

$$F = \frac{1}{2} V_g \Phi_g \frac{dS}{db} \frac{1}{S}$$

本磁気回路の場合は磁気吸引力として約 13.5 kgW となる。この値はポールピースと磁路継鉄の間げきを大にするほど小になるが、漏えい磁場の生ずることから望ましくない。

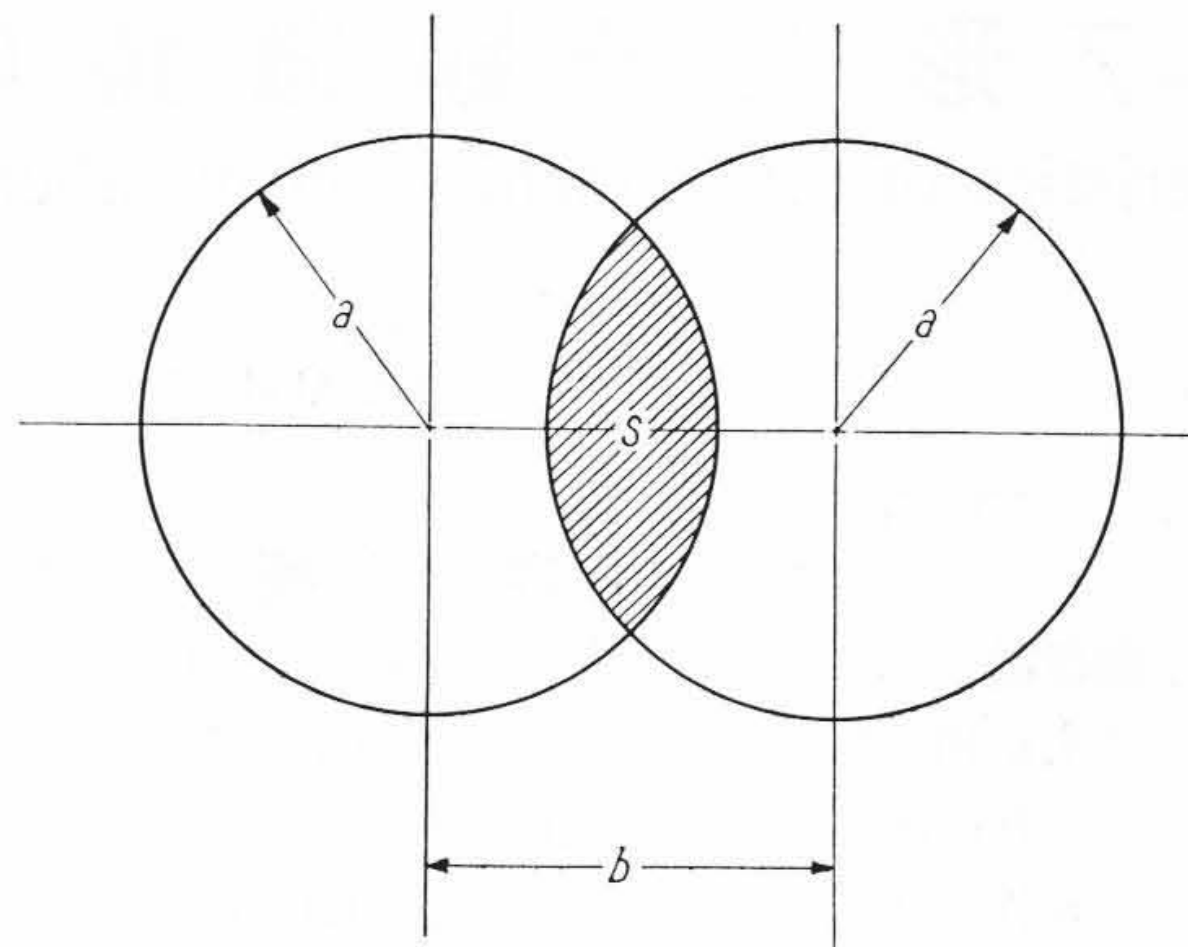
2.3 照射系について

コンデンサレンズは HS-6 形の中間レンズ、コンデンサレンズとまったく同様の構造である。すなわち、永久磁石励磁による三磁極レンズを使用し、漏えいパーミアンスを機械的に変えて収束効果を変化する。コンデンサレンズと試料との間には可動絞りがあり、試料に応じて適当な孔径の絞りを入れることができる。電子銃は HU-11 と同一形式を採用し、完全無電撃形にしてある。フィラメント交換は第 3 図のように、電子銃部をコンデンサレンズ部と切り離して持ち上げ、カソード部を取はずして行なう。

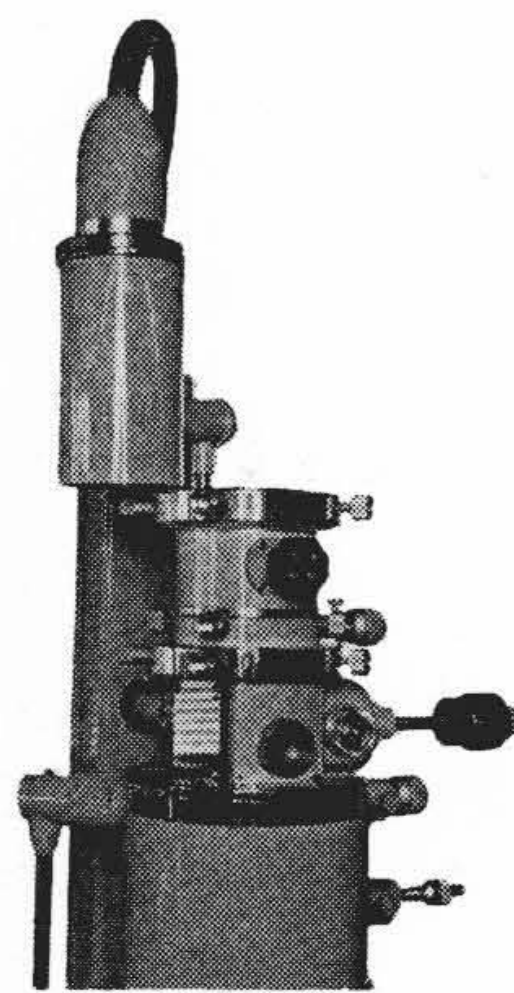
軸調整は電子銃部の水平調整と照射系全体の傾斜調整および水平調整によって行なわれるが、一度調整が終わればひん繁に行なう必要はない。なお電圧中心調節のため加速電圧に 1% の交流が重畳できるようにしてある。

3. 排 気 系

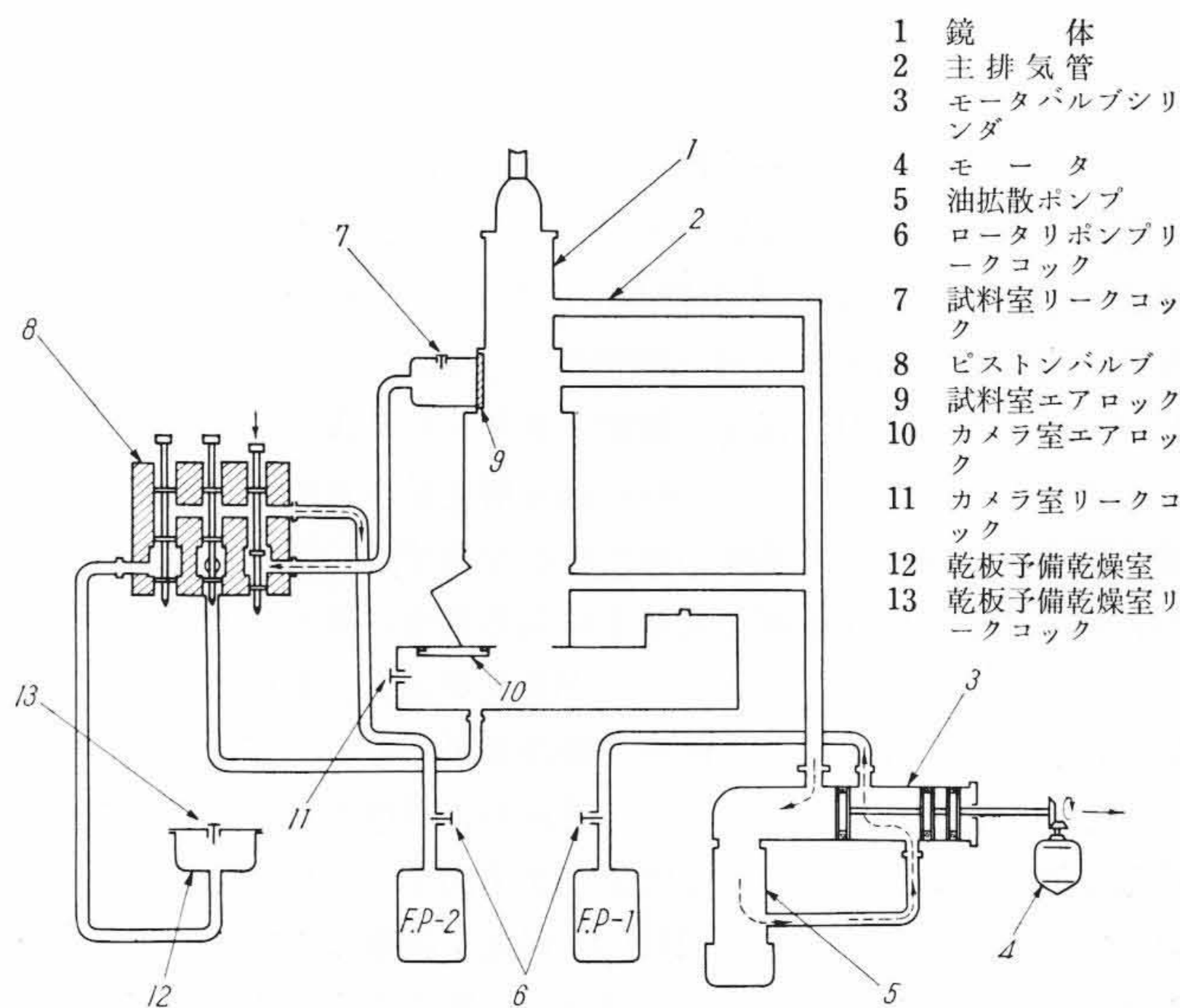
鏡体の排気は油拡散ポンプと油回転ポンプで行ない、真空バルブはシリンダ内のゲートをモータ駆動して真空切替操作を行なうようにしてある。第 4 図にその系統図を示す。操作は押ボタンスイッチにより行なわれる。この場合、誤ってほかのボタンを押しても直に正規のボタンを押せば常に最後に押したボタンの位置で止まるよう特殊なリレー回路が構成されている。試料室、カメラ室の予備排気には別個の排気回路を設け、各部署への切り替えは押ボタンでピストンバルブを操作することにより行なわれる。また乾板の予備乾燥室も設けてある。



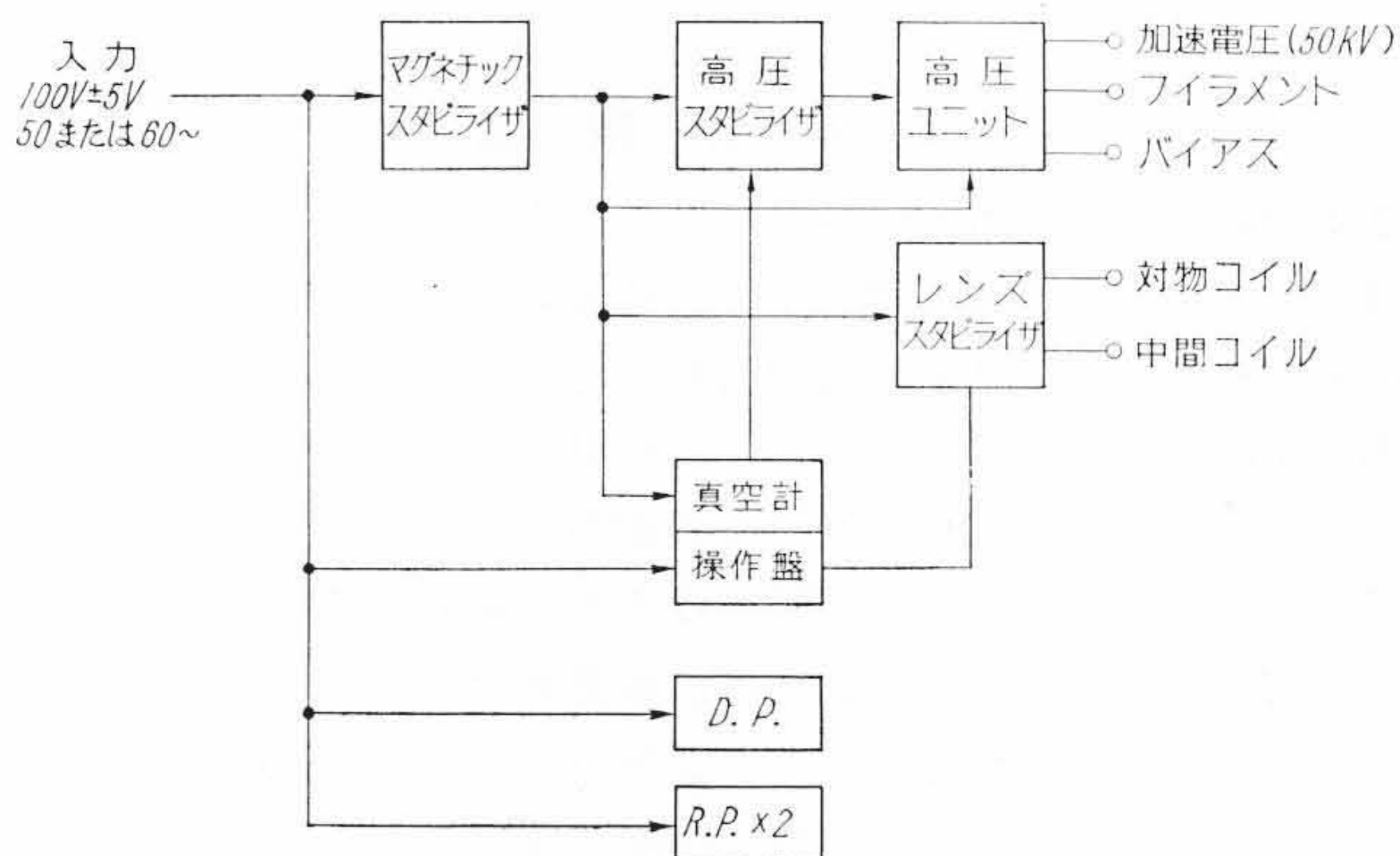
第 2 図 2 個の磁極片の重なり



第 3 図 焦射系部（フィラメント交換を行なう状態を示す）



第 4 図 HS-7 真空系統図

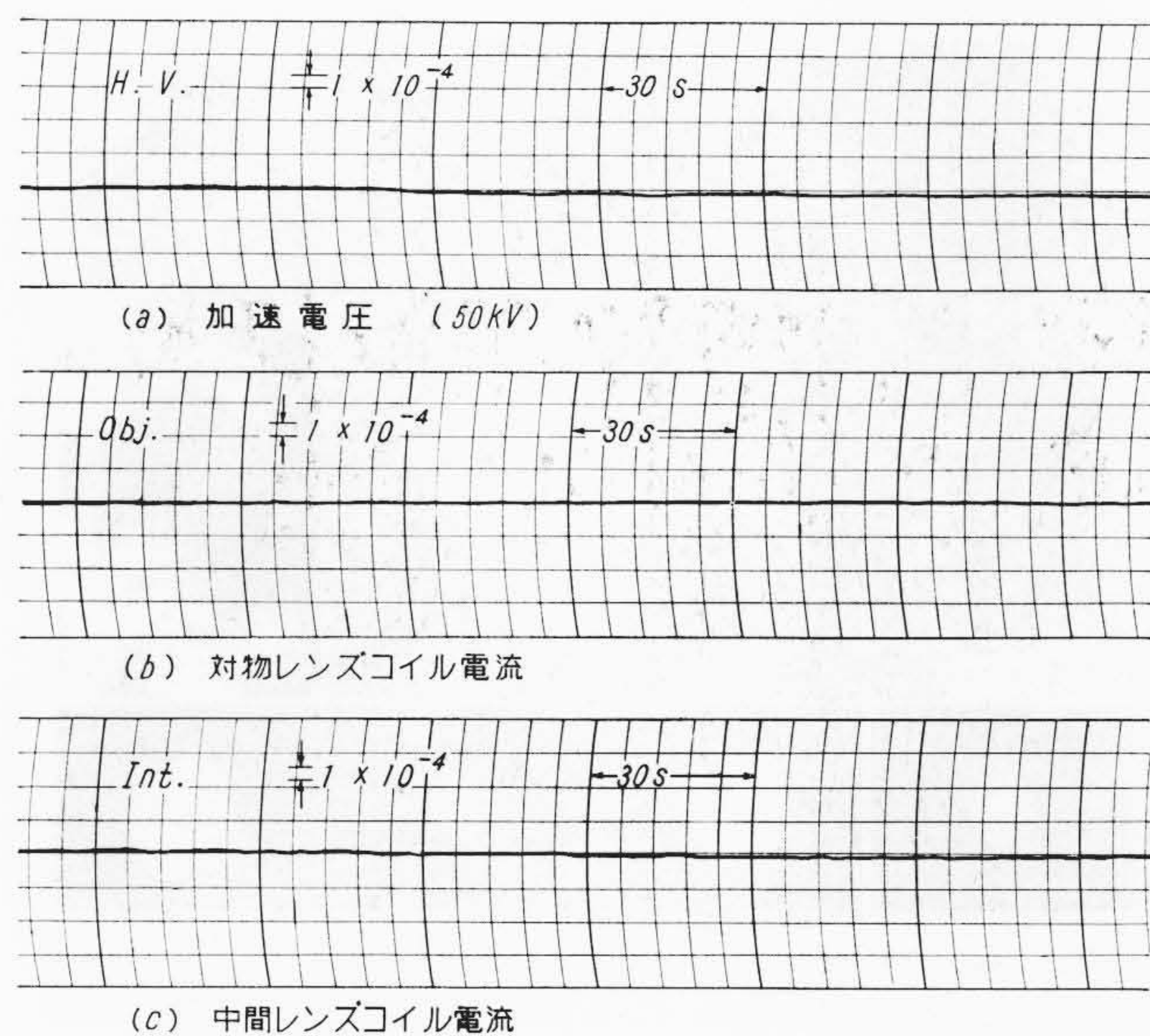


第 5 図 HS-7 電気系統図

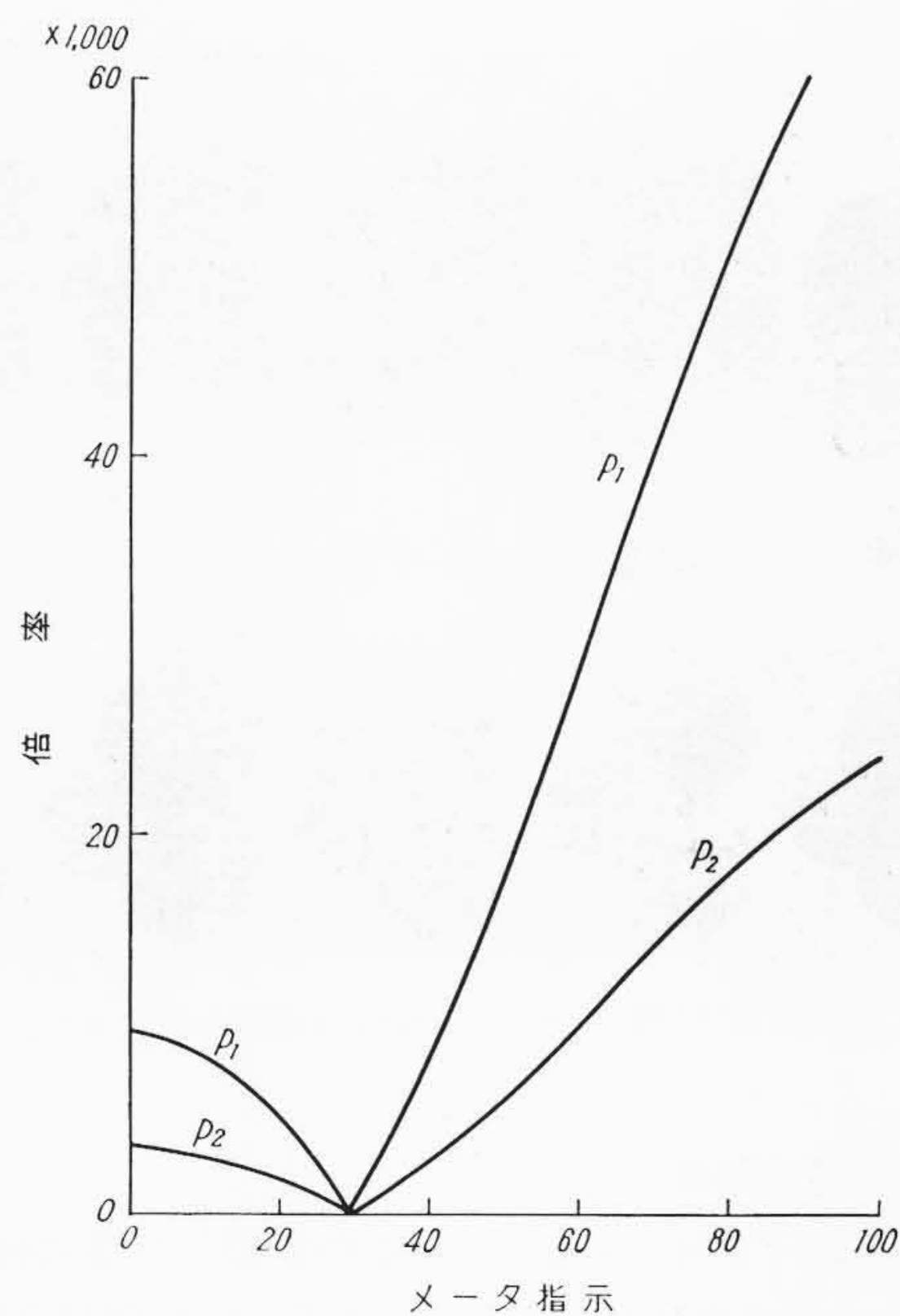
真空度の読み取りはピラニゲージによるメータ指示方式で、真空に連動したリレースイッチにより加速電圧電源の on, off を行ない、低真空時における電子銃内の放電を防いでいる。

4. 電 気 系 統

電気系統は加速電圧発生装置、レンズ電流安定装置、真空操作電源に分けられる。第 5 図は電気系統のブロックダイアグラムである。高圧安定回路とレンズ電流安定回路は前段に磁気増幅形定電圧装置を置き出力の安定化をはかっている。加速電圧 (50 kV) 発生装置は HS-6 形のものと同一回路が採用されている。これらの電気系



第6図 電源安定度測定記録



第7図 HS-7 総合倍率曲線

統は定電圧装置を除きすべて架台内に納められ、設置床面積が節約されている。第6図は加速電圧，対物励磁電流，中間レンズ励磁電流の安定度測定の記録である。

5. 性能検討

5.1 倍率試験

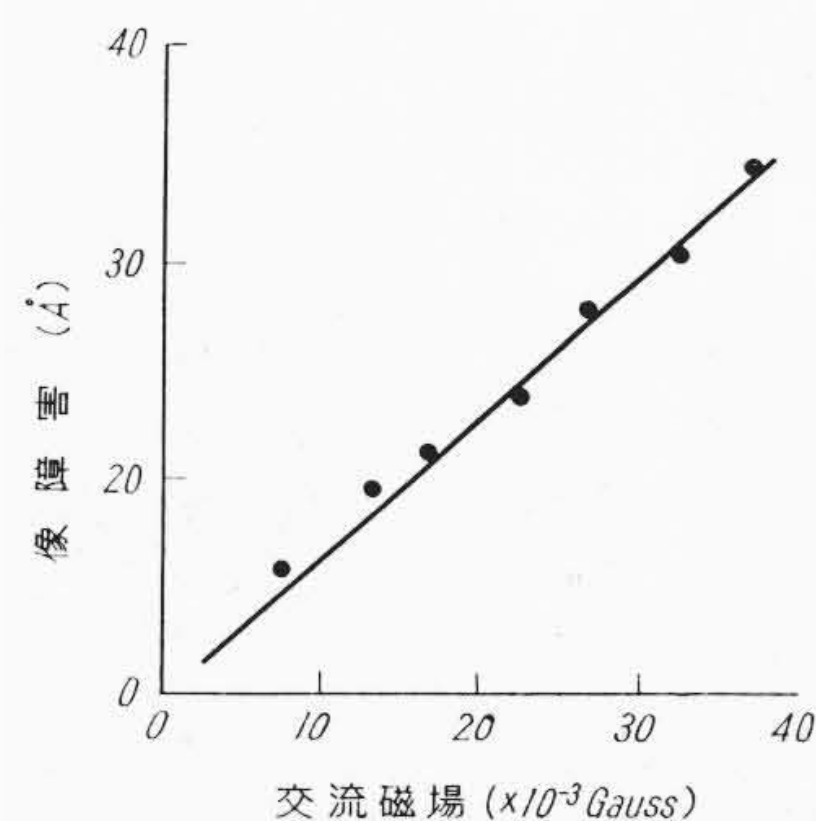
倍率試験は主として回折格子レプリカによって行なわれた。第7図は投射レンズをパラメータとした中間コイル電流に対する総合倍率曲線である。標準レンズの場合ひずみ像収差および終像の明るさを考慮した使用倍率範囲は1,500~50,000倍である。

5.2 外部磁場の影響

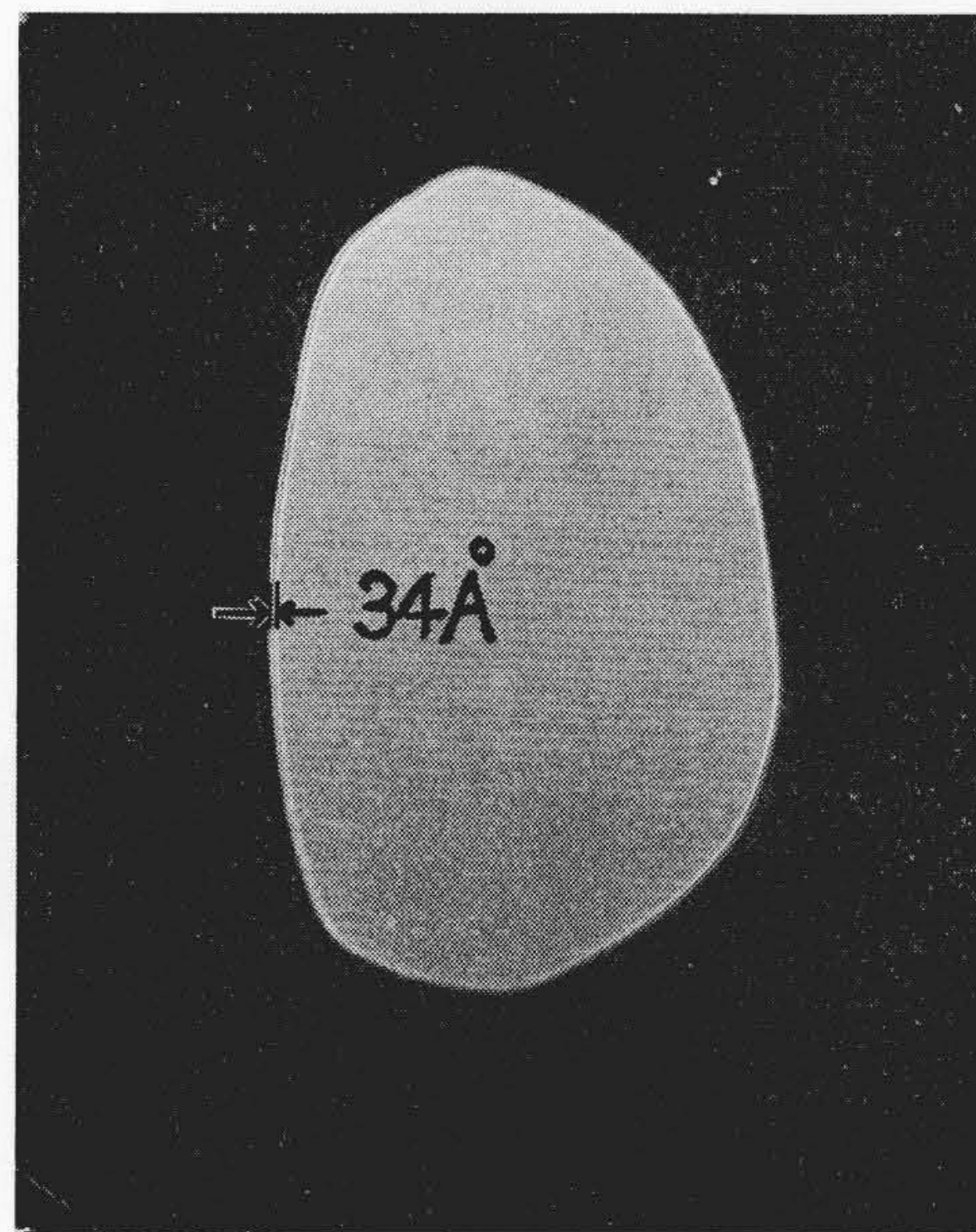
試料室部分を中心として両側にヘルムホルツコイルを設け、外部交流磁場を発生させて外部磁場の影響を観察した。各交流磁場の強さと撮影された写真のフリッジ幅との関係は第8図のようになり、安全な交流磁場の限界は2~3mGである。

5.3 外部振動の影響

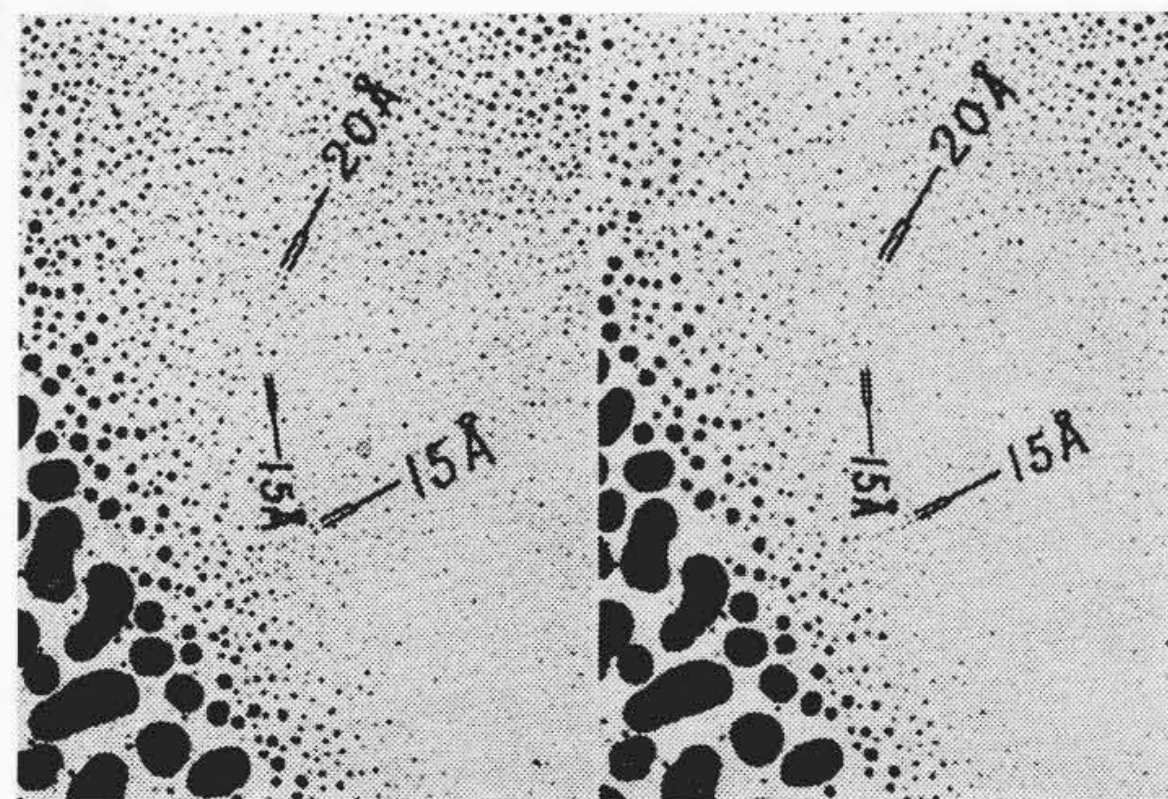
本顕微鏡に外部より強制振動を与えて共振周波数を検討した。外部の強制振動は遠心機による機械的加振とスピーカによる音響的加



(a) 外部磁場による像障害の大きさ

(b) カーボン膜穴の電子顕微鏡像 (37×10^{-3} Gauss)

第8図 外部交流磁場の影響



第9図 Pt-Ir 蒸着粒子による分解能試験

振を併用し、カーボン膜孔を試料としてそのボケの量から共振点を求め、その原因を窮め除去を図った。

5.4 分解能試験

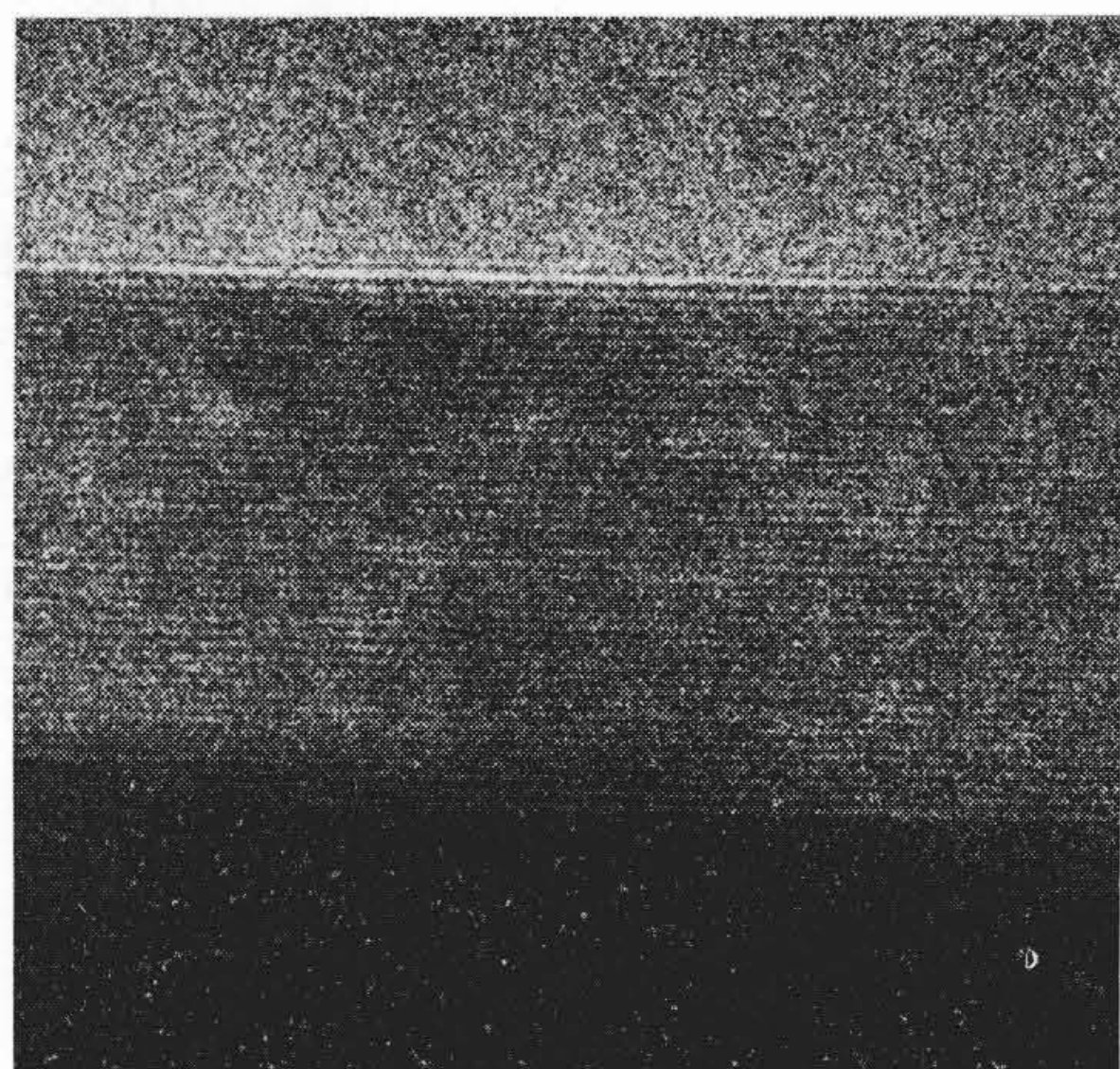
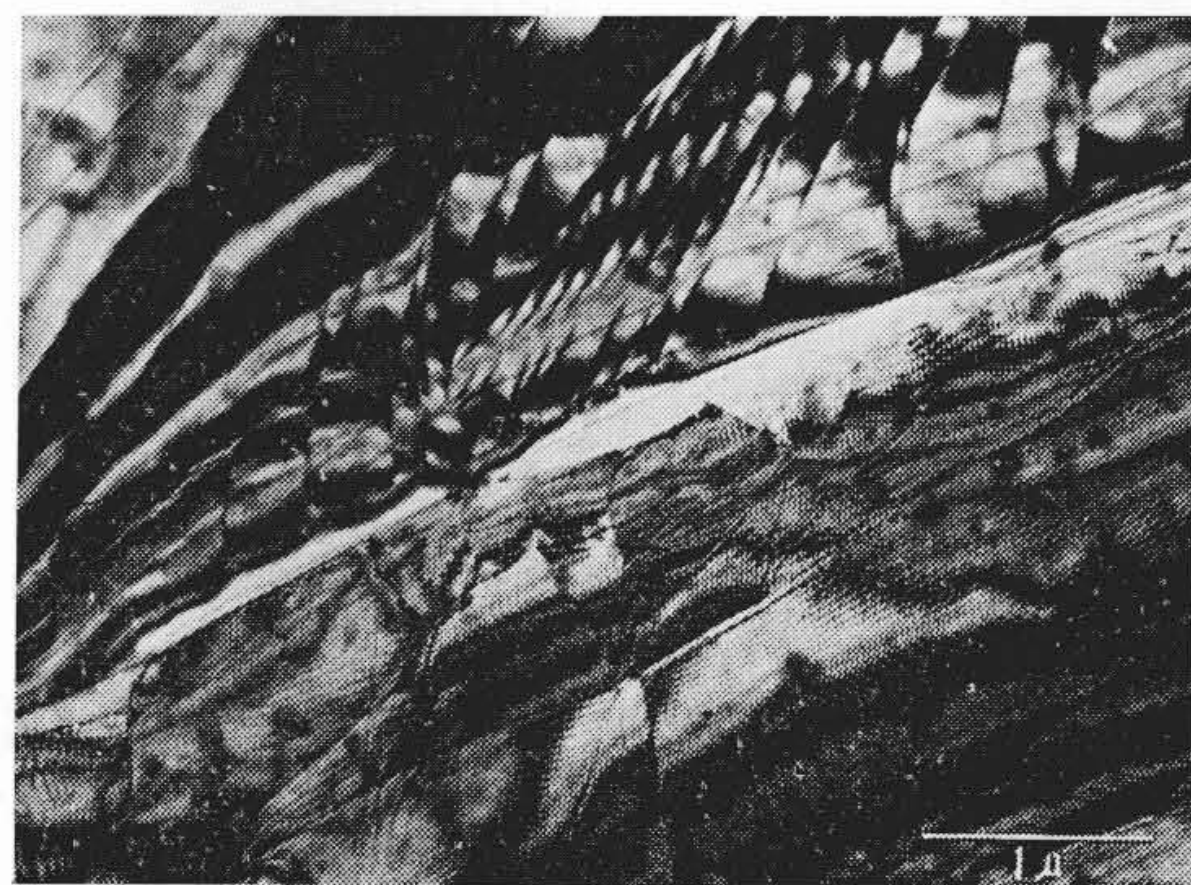
分解能試験は白金-イリジウムの蒸着粒子および銅-フタロシアニン格子で行なった。第9図は白金-イリジウムの蒸着粒子で撮影倍率は5万倍、15 Åの分解能を明瞭に示している。第10図は銅-フタロシアニン格子像で、しま間隔は12.6 Å，撮影倍率は同じく5万倍である。

6. 各種応用試験

本電子顕微鏡は試料室およびカメラ室をHU-11と同形とし、多目的な応用範囲を目的としているので、若干の応用実験を試みた。

6.1 高性能電子顕微鏡としての応用

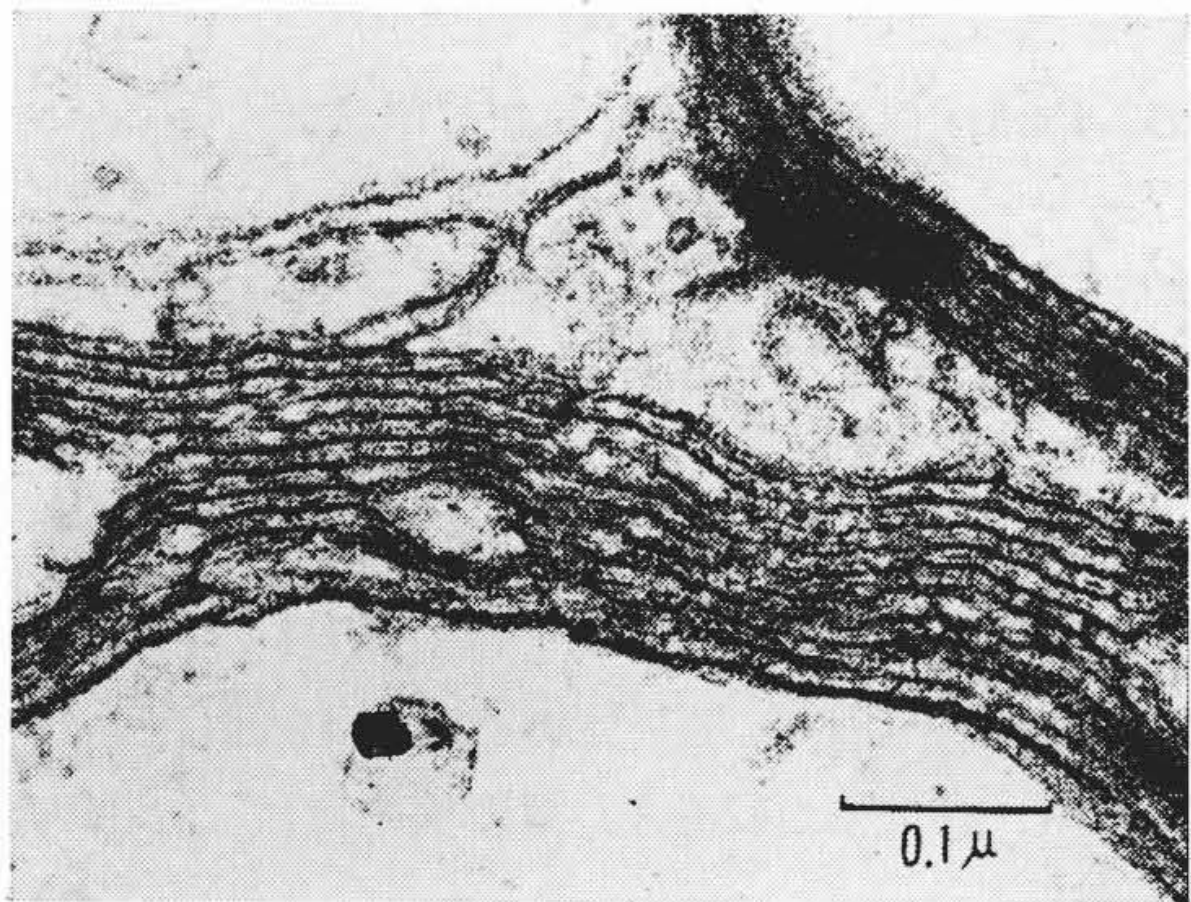
高性能を目的とする場合は対物レンズは標準レンズとしてHU-11と同じものを使用する。この場合の焦点距離は約4mm，倍率は

第 10 図 Cu-Phthalocyanine の格子しま ($d=12.6 \text{ \AA}$)

第 11 図 モリブデナイトの Moire 像

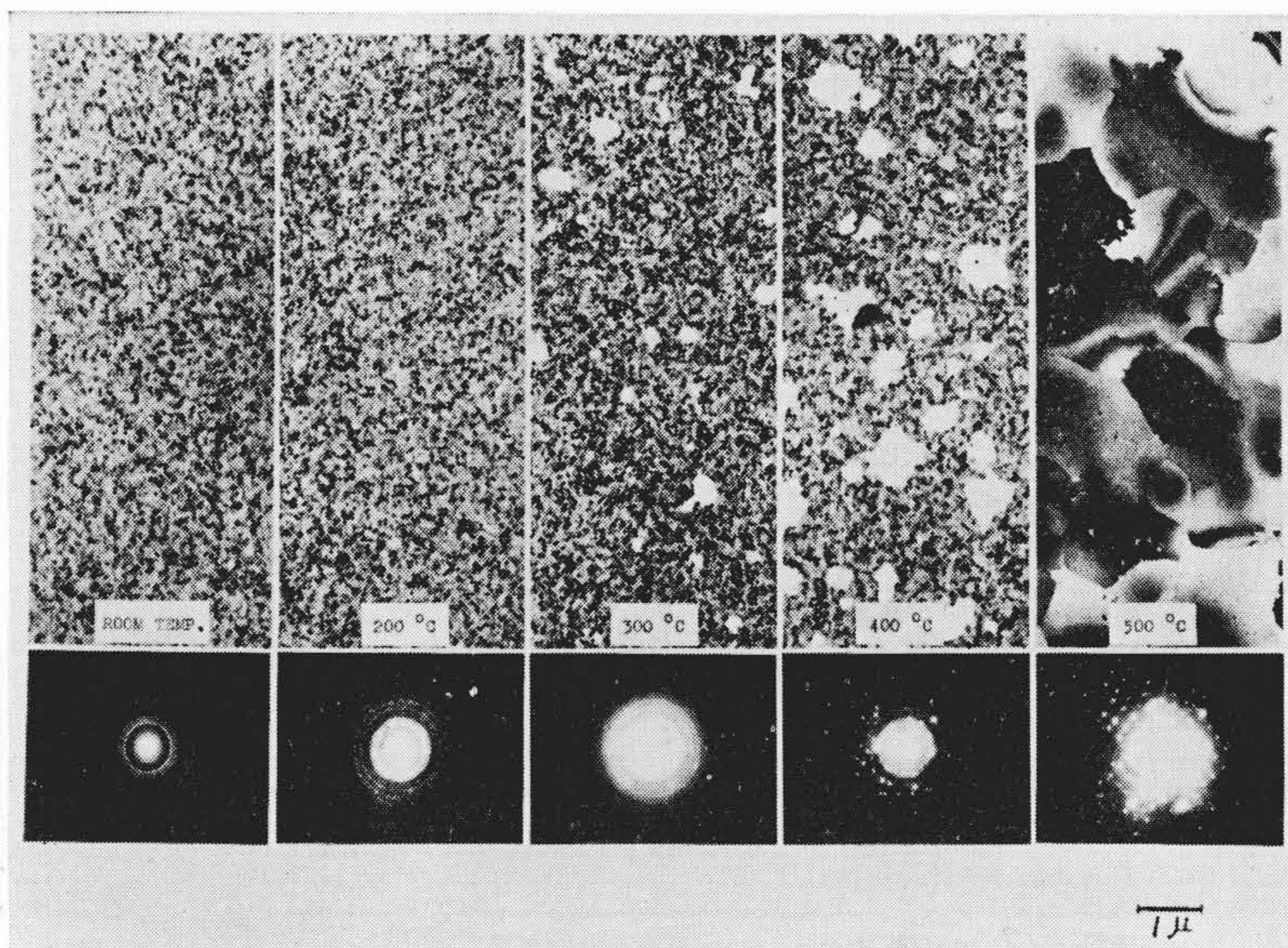


第 12 図 超薄切片像「試料名：神経細胞」

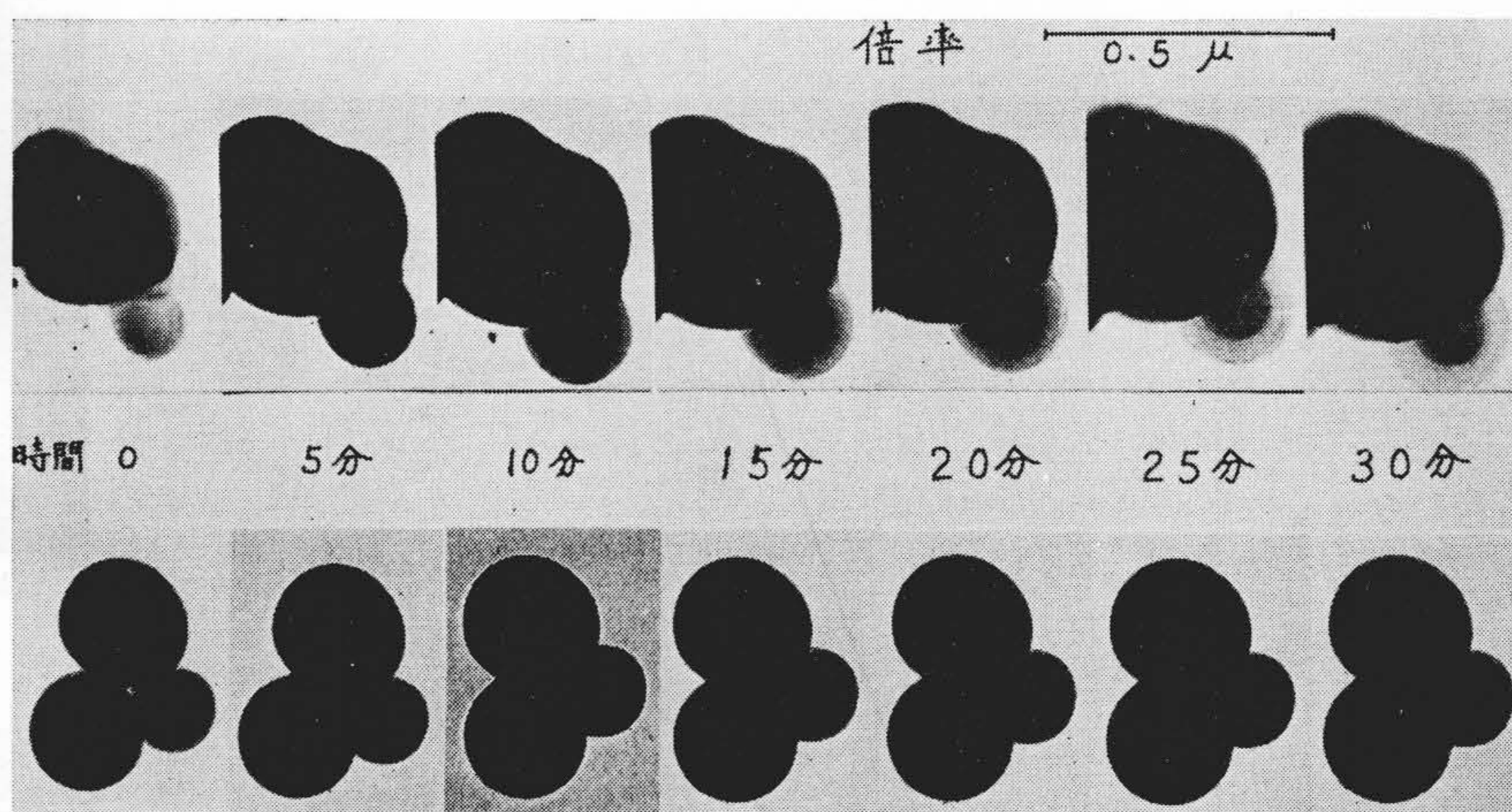


第 13 図 超薄切片像「試料名：Myelin」

1,500~50,000 倍，分解能は $15 \text{ \AA}$ が保証できる。第 11 図は二硫化モリブデン結晶の撮影例できわめて微細なモワレ像，格子像がはっきり撮影されている。第 12 図は生物試料の例で，神経細胞の超薄切片像で比較的低倍率撮影の場合，第 13 図は同一試料の高倍率撮影例である。



第 14 図 試料加熱装置使用例「Al-Cu 蒸着膜の熱的合金化過程」



第 15 図 汚染防止装置使用例 注：時間は電子線照射時間を表わす

6.2 付属装置使用例

試料室が HU-11 と同形となっているので HU-11 用の付属装置が共用できる。この場合は対物レンズに異径レンズ (HU-11 形の場合と同じ) を使用している。この場合の倍率範囲は 1,000~30,000 倍で分解能は $20 \text{ \AA}$ が保証できる。第 14 図は試料加熱装置 (HH-2) を使用した場合で銅とアルミニウムの蒸着膜の熱的合金化の様態を撮影したものである。

試料室に冷却トラップを取り付け，試料の汚染防止を行なうことができる。第 15 図はカーボンブラックの汚染状態をみたもので汚染防止装置を使用することにより汚染速度を $\frac{1}{5}$ 以下にすることができる。

6.3 電子回折装置としての応用例

電子回折は投射レンズの下部にある回折試料室に回折用試料ホルダを取り付けて行なわれる。この場合分解能指数は約 5×10^{-5} である。電子回折は透過，反射いずれも可能であるが，第 16 図に反射回折の例を示す。試料はマイカの表面で，通常帯電のため第 16 図 (a) のように回折像はまったく現われない。第 16 図 (b) の写真は低速電子銃 (SG-A) を併用して帯電粒子を中和した場合で，マイカの反射回折像が明りょうに現われている。HS-7 の場合は，投射レンズの軸調整を併用して主スポットを乾板の端に持って行くことにより，反射した回折像を乾板の全面に出すことができるから，反射回折像撮影には特に有効である。

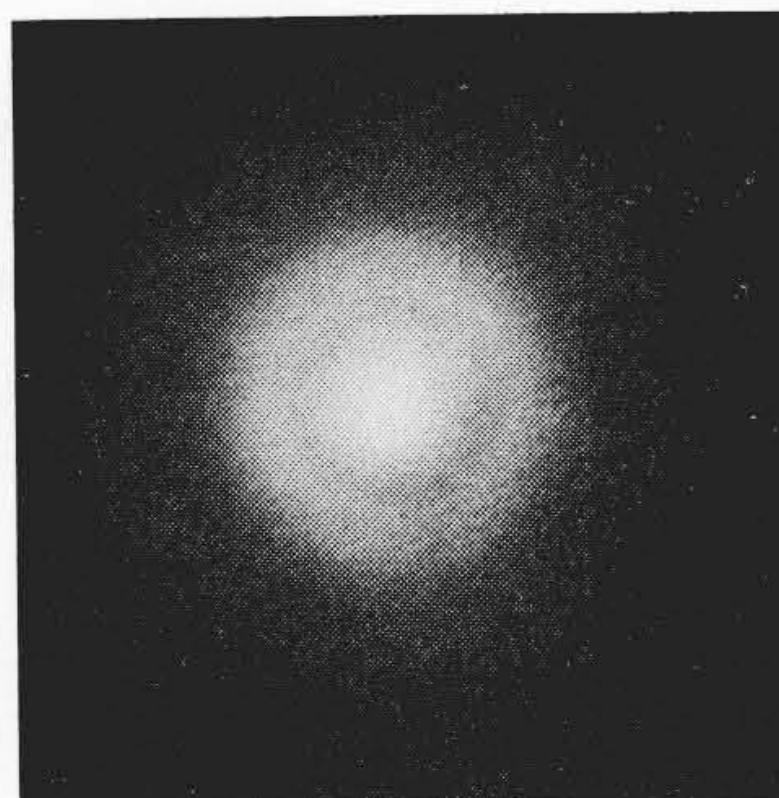


(a) 低速電子銃を使用しない場合

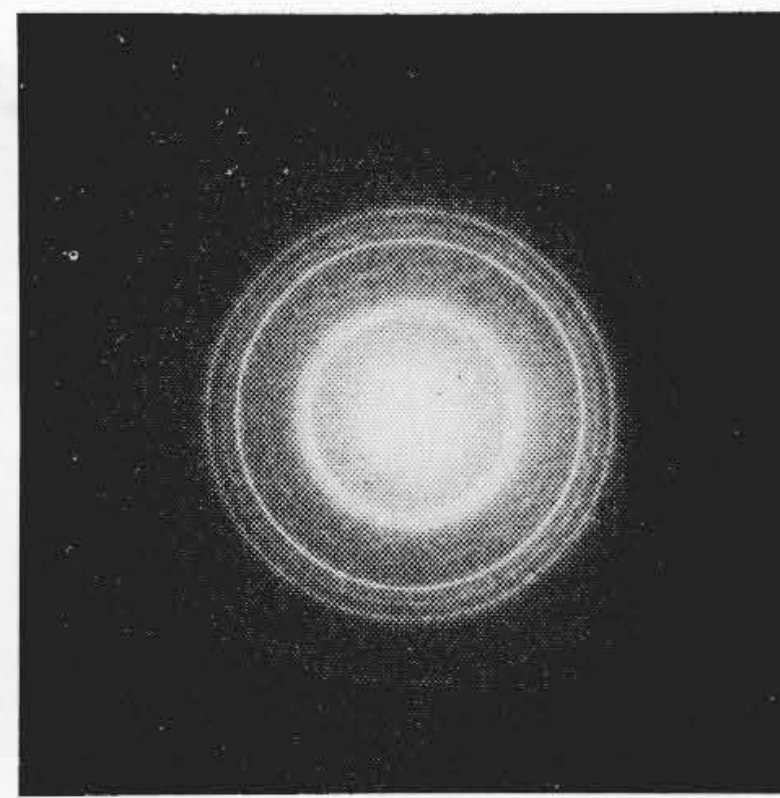


(b) 低速電子銃を使用した場合

第16図 低速電子銃使用例「マイカの反射電子回折像」

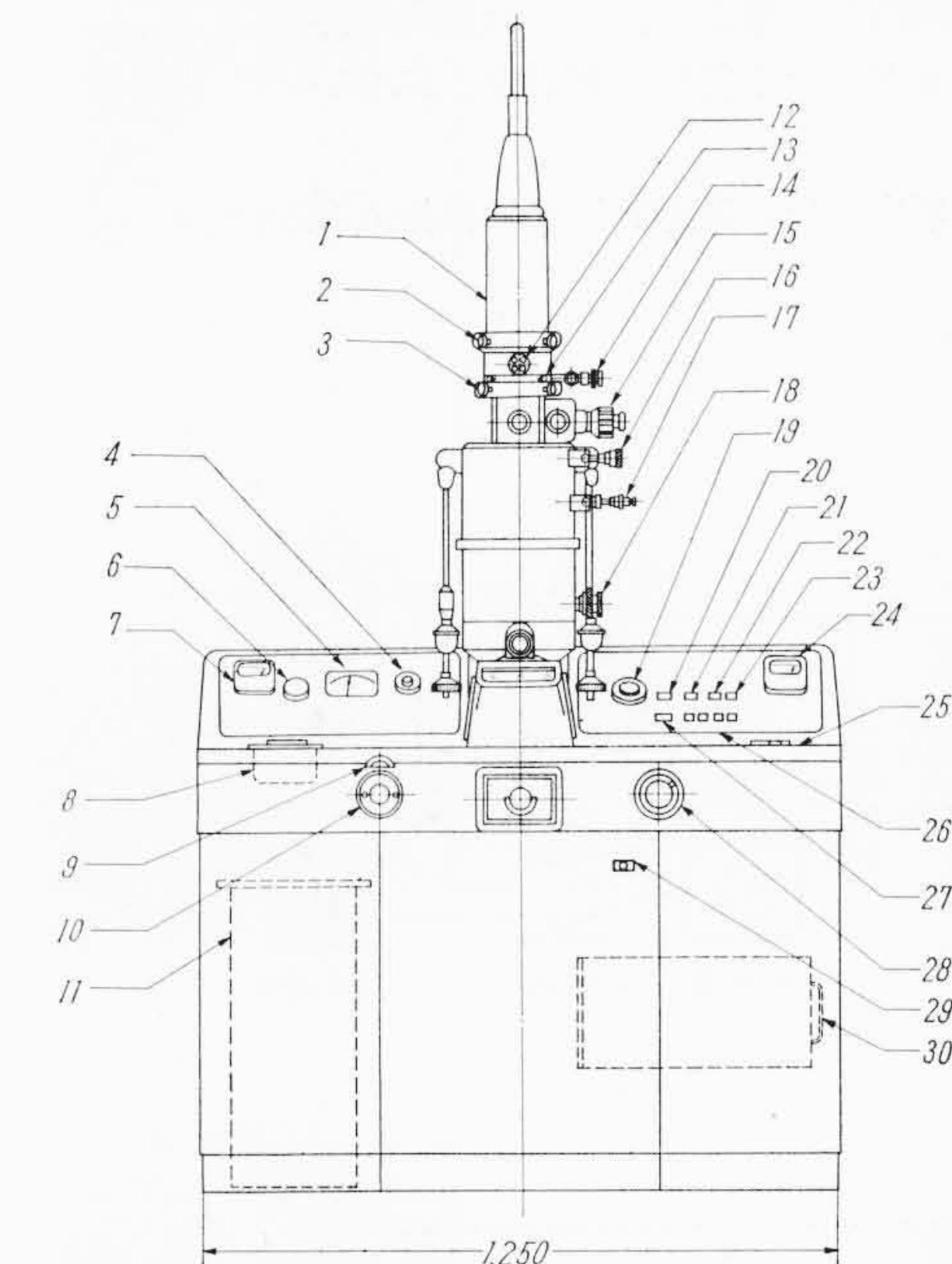


(a) 室 温



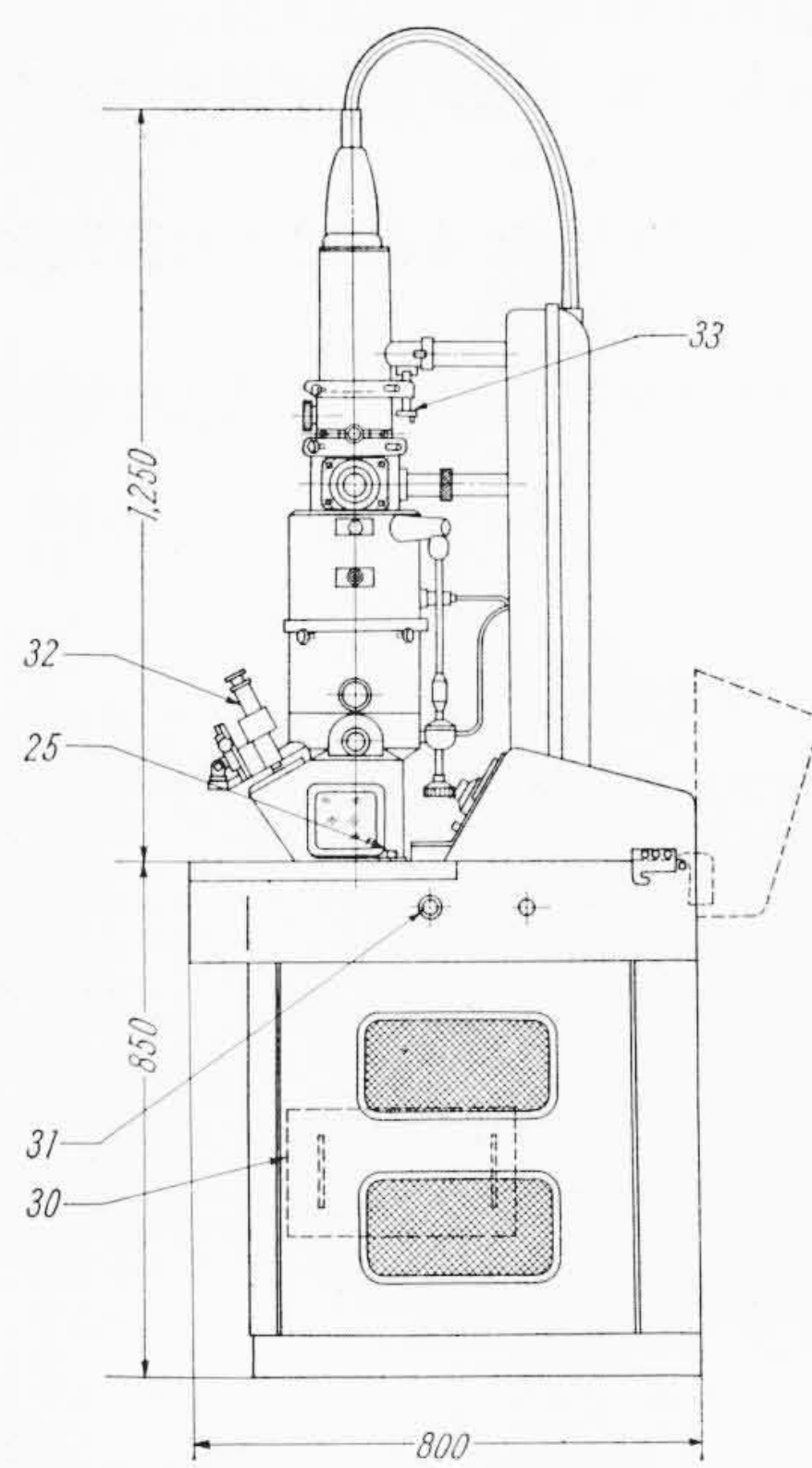
(b) -90℃

第17図 試料冷却回折ホルダ使用例「水銀の電子回折像」

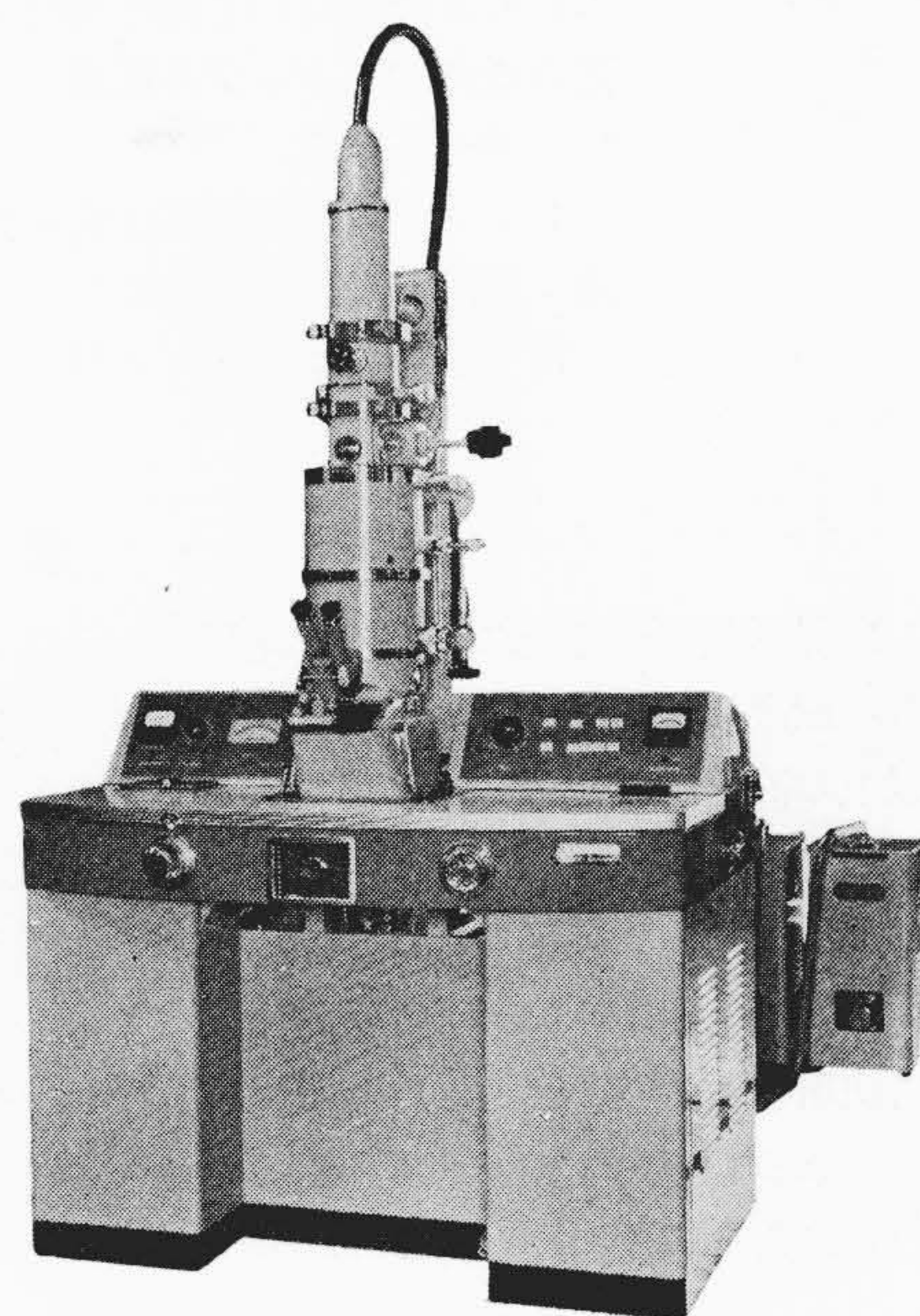


- | | |
|------------------------|------------------------|
| 1 電子銃 | 12 コンデンサ調整ツマミ |
| 2 電子銃軸調整ツマミ (水平) | 13 照射系軸調整ツマミ (傾斜) |
| 3 照射系軸調整ツマミ (水平) | 14 コンデンサ可動絞り |
| 4 倍率調整ツマミ | 15 試料交換ホルダ |
| 5 倍率指示メータ | 16 対物可動絞り |
| 6 ビーム電流調整ツマミ | 17 視野制限絞り |
| 7 メータ (ビーム電流, ライン電圧共用) | 18 投射レンズ交換ツマミ |
| 8 乾板予備排気室 | 19 焦点合わせツマミ |
| 9 プレートカウンタランプ | 20 押ボタンスイッチ (電圧中心) |
| 10 乾板送りハンドル | 21 押ボタンスイッチ (室内灯) |
| 11 高圧トランス | 22 押ボタンスイッチ (ロータリーポンプ) |

第18図 HS-7 形の各部説明図



- | |
|--------------------------|
| 23 押ボタンスイッチ (油拡散ポンプ) |
| 24 メータ (真空指示) |
| 25 ピストンバルブ |
| 26 押ボタンスイッチ (主排気) |
| 27 押ボタンスイッチ (高圧) |
| 28 カメラ室エアロックハンドル |
| 29 メインスイッチ |
| 30 高圧安定装置 |
| 31 リークコック |
| 32 焦点合わせ用双眼ルーベ |
| 33 電子銃持ち上げ装置 (フィラメント交換用) |



第19図 HS-7 形の 外 観

入 力

100 V $\pm$ 5 V 50 または 60 $\sim$ 2 kVA

第18図は HS-7 形の各部説明図, 第19

図は外観写真である。

8. 結 言

以上、永久磁石励磁の安定性とコイル励磁の迅速性を組み合わせ特別な訓練をしなくても操作できる中形電子顕微鏡として HS-7 を製品化した。おもな特長は下記のとおりである。

- (1) 主要なレンズの励磁は永久磁石により行なわれ、特に迅速な調節を要する部分のみコイル励磁を使用した。
- (2) 電気回路、真空系統などすべて押ボタン操作とし、操作の容易、迅速化を図った。
- (3) 高圧回路、真空回路などに安全装置を設け誤操作などによる装置の損傷を防いだ。
- (4) 各種付属装置の取り付けを可能とし、応用範囲の拡張をはかった。
- (5) 設置床面積を小さくし、設置場所の選定を容易にした。

以上のように中形電子顕微鏡としては十分な性能と特長を有するので HS-6 形以上に広い分野において使用されるものと信ずる。

終わりに臨み、日立製作所那珂工場および日立製作所中央研究所の関係者各位に対し深くお礼申しあげる。

参 考 文 献

- (1) 菊池, 木村: 日立評論 40, 943 (昭33-7)

高分解能電子回折の場合も HU-11 用の付属装置が使用できる。

第17図は試料冷却回折ホルダ (SH-D) を使用した例で、水銀の電子回折像である。水銀は室温では液体であるから第17図(a)のように主スポット周辺にハローが現われるのみであるが、-39℃で固体となり結晶化するので回折像が変わってくる。第17図(b)は-90℃における回折像である。

以上のほか、上部試料室用の冷却装置、ひずみ装置、ステレオ装置、全方向傾斜装置、回折試料室用の加熱装置、シネカメラなどが使用できる。

7. HS-7 形としての仕様

HS-7 の仕様は下記のとおりである。

分 解 能	標準レンズの場合	15 Å
	異径レンズの場合	20 Å
加 速 電 圧		50 kV
電子光学的倍率	標準レンズの場合	1,500 $\sim$ 50,000 倍
	異径レンズの場合	1,000 $\sim$ 30,000 倍
電子回折分解能指数	制限視野回折	5 $\times$ 10 ⁻⁴
	高分解能回折	5 $\times$ 10 ⁻⁵