

---

## 電子顕微鏡特集

---

日立 1,000 kV 電子顕微鏡の構造および性能 .....	51
普及形超高圧電子顕微鏡 HU-200 の開発 .....	57
HU-11D 形日立電子顕微鏡の諸特性 .....	62
超高電圧電子顕微鏡の金属学への応用 .....	67
電子顕微鏡的観察に基づく glucose-6-phosphatase の活性局生部位に関する研究 .....	73
電子顕微鏡の位相差コントラスト像と分解能 .....	77

---

## 日立 1,000 kV 電子顕微鏡の構造および性能

Hitachi 1,000 kV Electron Microscope

西垣 正之\* 片桐 信二郎\*\*  
Masayuki Nishigaki Shinjiro Katagiri木村 博一\*\* 只野 文哉\*\*  
Hirokazu Kimura Bunya Tadano

## 要 旨

実用的な 1,000 kV 電子顕微鏡を開発した。これは 1964 年に開発した 500 kV 電顕の経験をもとに、改良を加えたものである。高圧発生装置は高周波電源によって駆動される Cockcroft-Walton 形である。整流器にセレン整流器を用い可聴周波で駆動した。Cockcroft-Walton 回路は 15 段で加速管とともに 3 kg/cm<sup>2</sup> の圧力タンク中に収められている。加速管は 30 段加速である。

照射レンズ系は 2 段、写像レンズ系は 4 段、対物レンズの最大アンペアターンは 22,000 AT である。最大倍率は 1,000 kV で 100,000 倍であり、カメラ長は最大約 2 m である。分解能は結晶格子で 10 Å よりよい値を得ている。発生 X 線はこれを 0.5 mr/h 以下におさえた。付属装置として試料傾斜装置、加熱装置、冷却装置、暗視野用電磁偏向装置などを取り付けることができる。

## 1. 緒 言

金属学研究の一手段として、電解法などで金属薄膜を作り、内部の転位などを直接観察することが行なわれている。100 kV の商用電子顕微鏡(以下電顕と略称)でも 1,000~3,000 Å の厚みの膜を観察することができ、多くのすぐれた研究がなされていることは周知のとおりである。純物理学的な転位などの問題については、ある程度上記薄膜の観察によって解決されているが、漸次より厚い試料の観察を必要とする問題が多くなりつつある。特に、実用金属の研究では金属中の各種転位の挙動、または析出などで表面の影響の大きい場合には、従来得られている金属学の知識と結びつかない場合が多く、厚い試料の観察が強く要望されるようになった。金属薄膜がバルクとしての性質を持つためには、ある程度以上の厚みを要し、多くの関係者の見解として少なくとも 1 μ 以上が一つの段階と見られている<sup>(1)</sup>。現在の商用電顕の場合に、3,000 Å の膜厚まで透過すると見れば 3~4 倍の透過能が要求されることになる。加速電圧と透過能の関係については MgO および Al について詳しい理論的ならびに実験的研究が行なわれ、100 kV における透過能を 1 とした場合 500 kV および 1,000 kV ではそれぞれ 2.4 および 2.9 が予想され、実験的にもそれに近い値が得られている。

高い電圧の電顕を用いた場合の利点としては、上述の透過能の向上と同時に試料透過による色収差の減少がある。試料中のエネルギー損失、およびレンズの色収差係数を一定とすれば加速電圧に逆比例して色収差は減少する。実際には散乱角の減少を考えるとさらに小さくなると予想される。なおまた、金属試料のように電子回折の比重の大きい場合には、波長が短くなる利点も大きい。すなわち結晶による Bragg の反射角は同一格子面に対しては波長に比例するから、制限視野回折の最小視野径が波長の 3 乗に比例して小さくなり、また暗視野像の解像度が良くなる。加速電圧と波長 λ の関係は表 1<sup>(7)</sup>に示すとおり 1,000 kV では 100 kV の約 1/4 であるから、前記の視野径は 1/64 に減少し、それだけ微小視野の電子回折が意味のあるものとなる<sup>(7)</sup>。以上のように高電圧電顕は、金属学研究の有力な武器となるものであると同時に、試料の損傷が少ない点から高分子関係<sup>(8)</sup>にも用いられ始めている。

高電圧電顕の歴史はきわめて古く、電顕開発の初期から行なわれてきているが、300 kV 以上の超高電圧電顕のおもなものを示すと表 2<sup>(9)-(19)</sup>のようになる。1,000 kV 以上の電顕として代表的なものは

\* 日立製作所中央研究所

\*\* 日立製作所中央研究所 工学博士

表 1 加速電圧と β, λ および Hρ の関係

E (kV)	β	λ × 10 <sup>-2</sup> Å	Hρ <sup>**</sup> (Gousscm)	Hρ の比率
10	0.195	1.22	338.8	
50	0.4127	5.354	772.2	
75	0.4895	4.321	956.7	
100	0.5483	3.700	1117.0	1
200	0.6954	2.507	1649	1.475
300	0.7766	1.968	2100	1.88
400	0.8279	1.643	2516	2.25
500	0.8629	1.421	2910	2.6
1,000	0.9411	0.8716	4743	4.25

\* 三宅静夫 電子線(岩波)(1953)より引用

\*\* ρ: 磁場 H 中の回転半径

表 2 超高電圧電子顕微鏡(ただし 300 kV 以上)

発表年次	発 表 者	出力電圧 (kV)	形 式
1941	Zworykin, Hillier (アメリカ)	300	高周波コッククロフト(露出)
1947	V. Dorsten, Le Poole (オランダ)	400	低周波コッククロフト(露出)
1954	只野, 森戸, 片桐(日立), 榊(名大)	300	ファンデグラフ (露出)
1958	島津(島津), 小林(京大)	350	カスケード (露出)
1958	Popov (ソ連)	400	低周波コッククロフト(露出)
1962	Dupouy, Perrier (フランス)	1,200 (1,500)	低周波コッククロフト(露出)
1964	只野, 木村, 片桐, 西垣(日立), 上田, 榊(名大)	500	高周波コッククロフト(密閉)
1964	島津, 岩永(島津), 小林, 水渡(京大)	500	低周波コッククロフト(密閉)
1966	只野, 木村, 片桐, 西垣(日立)	1,000	高周波コッククロフト(密閉)
1966	渡辺, 樋永, 染谷(日本電子)	1,000	高周波コッククロフト(密閉)
1966	Cosslett, Smith (イギリス)	750	高周波コッククロフト(露出)

Dupouy 氏ら(フランス)の 1,500 kV 電顕<sup>(14)</sup>である。大きな球形の部屋に設置され、高圧部は大気露出形である。このため加速管部は全長 5 m に及び、高圧室とその下の電顕室に分離され高圧室内にはアースシールドを施し、部屋全体に対してゴミおよび湿度の除去につとめている。全装置はきわめて大がかりなもので多額の費用を要したものである。このような大気露出形の場合は湿度によるコロナ放電が電圧の不安定を招き、わが国のように多湿な場合には特に除湿を必要とする。これに対し密閉形の場合には、従来 Van de Graff 形加速器で行なわれたように高気圧絶縁ガスを封入することによって占有床面積を縮小し、湿度、および人体に対する危険もないが、加速管と Cockcroft-Walton (以下 C-W と略称) 回路などの高圧発生装置を同一タンク中に設置した場合、交流誘起電圧の影響があり、その消去が問題となる。また電子銃のフィラメントの寿命が短いためその交換をしばしば行なわなければならない不利がある。

今回開発した1,000 kV電頭は図1に示すようにタンク密閉形で高電圧発生装置として対称形C-W回路15段を、また絶縁ガスとしてフロン12を3 kg/cm<sup>2</sup>の圧力で用いている。タンクおよび鏡体の全長は、約6 mで、占有床面積は9×8 m<sup>2</sup>である。以下その詳細について述べる。

## 2. 高電圧電源

高電圧電源は次のようなものから成り立っている。

- (1) 圧力タンク中の高電圧発生装置(C-W回路)、フィルタおよびフィラメント点火回路
- (2) C-W駆動電源(高圧トランスを含む)
- (3) 高電圧安定化回路

図2に高電圧発生装置、および加速管の断面図を示す。

### 2.1 高電圧発生装置

高電圧発生装置として対称形C-W回路<sup>(20)</sup>を用いた。駆動周波数は約3.8 kc/sで、整流器としてセレンを用いた。図3に回路図を示す。対称形C-W回路を用いた大きな理由はリップル電圧が小さいこと、電圧効率が良いこと、高周波高圧端からの誘導が少ないことの3点である。

すなわち、通常のC-W回路(単にC-W回路で表わす)ではリップルはほぼ段数 $N$ の2乗に比例するが、対称形では $N$ に比例する。リップル電圧 $\delta E_0$ はC-W回路では、

$$\delta E_0 = \frac{IN(N+1)}{2Cf} \dots\dots\dots(1)$$

ただし、 $I$ : 負荷電流  
 $C$ : 単位コンデンサの容量  
 $f$ : 周波数

であるが、対称形では

$$\delta E_0 = \frac{IN}{2Cf} \dots\dots\dots(2)$$

である。

したがって $C$ 、 $f$ などのパラメータが同一で $N$ が10段の場合にはリップル電圧は約1けた小さくなる利点がある。

回路の浮遊静電容量によってC-Wの各段の発生電圧は、入力端子から遠くなるに従い減少する。したがって出力電圧は入力電圧の波高値に段数を乗じたものより小さくなる。この値と、浮遊静電容量がないと仮定したときの出力電圧との比を電圧効率 $F$ といい、それ

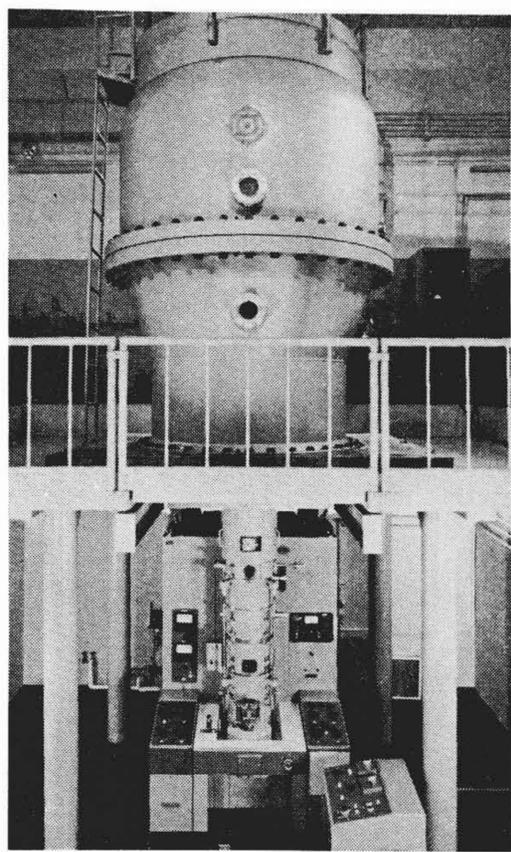


図1 1,000 kV電子顕微鏡

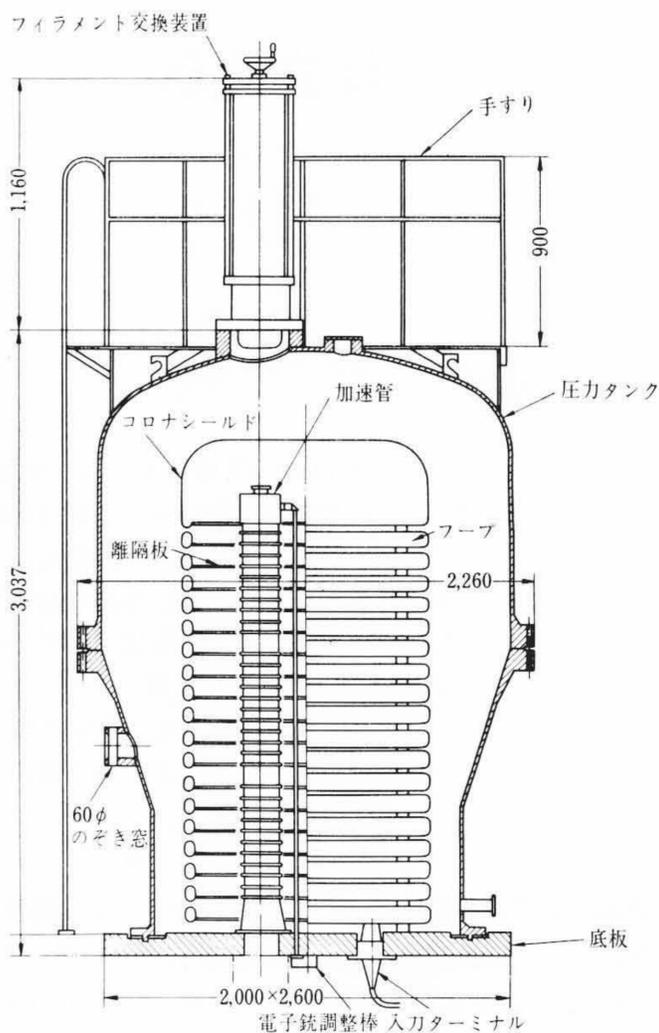


図2 高電圧発生装置および加速管の断面図

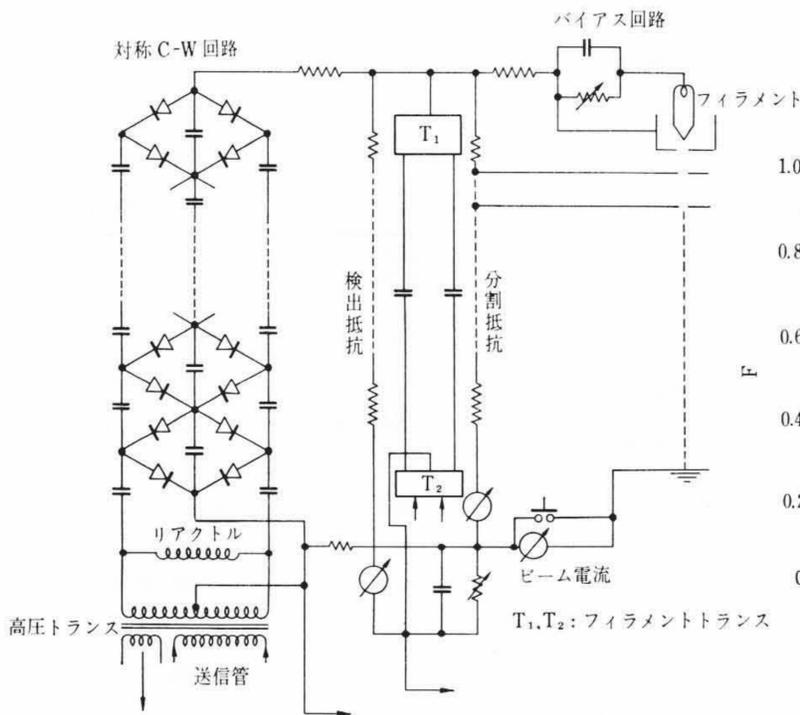
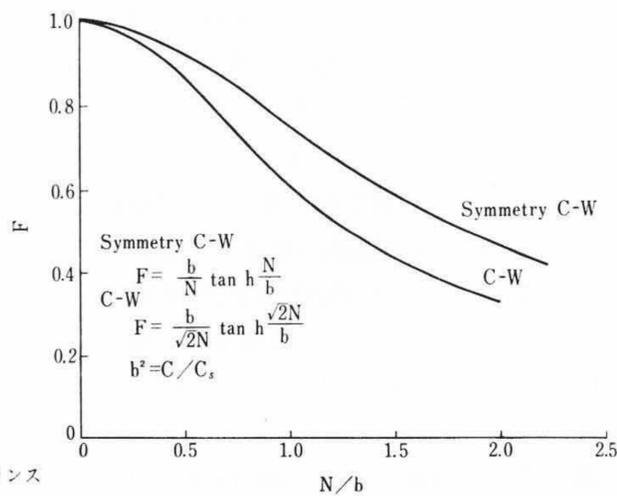


図3 高電圧発生回路



ここに $N$ は段数。 $b^2$ はC-Wのコラム容量 $C$ と浮遊容量 $C_s$ の比

図4 電圧効率 $F$ と $N/b$ の関係

ぞれ次式で与えられる。

対称形C-Wの場合、

$$F = \frac{b}{N} \tanh\left(\frac{N}{b}\right) \dots\dots\dots(3)$$

C-Wの場合、

$$F = \frac{b}{\sqrt{2}N} \tanh\left(\frac{\sqrt{2}N}{b}\right) \dots\dots\dots(4)$$

ただし、 $b^2=C/C_s$ で、 $C_s$ は1段当たりの浮遊静電容量を表わす。

これをグラフで示すと図4のとおりで、同一の $N/b$ の値に対しても $F$ 大きい。本装置では $F$ としては0.95が得られた。 $F$ が1に近いと次のような利点がある。すなわち、出力電圧を数分割して印加すれば加速管の各電極とC-Wの各段との間の電位差が小さいこと、C-W駆動回路から見た入力容量が小さく駆動電力が小さくすむこと、お

および安定化ループの周波数特性に与える影響が少ないことなどである。

また上記浮遊静電容量を通じて流れる電流のため、出力端に表われる、リップル電圧および加速管などへの誘導電圧は対称形の場合は対称性を利用して打ち消すことができる。筆者らの場合は通常の C-W に比べてリップル、および誘導電圧をそれぞれ数十分の 1 にすることができた。

対称 C-W 回路の出

力は、図 3 に示すように RC フィルタ回路を通じて加速管に印加される。高圧変動は検出抵抗とフィルタ用コンデンサにより検出される。加速管の各電極には、安定度の点から検出抵抗と別に設置した、分割抵抗により電圧が与えられる。フィラメント用電力は上記フィルタコンデンサを通して送られる。圧力タンク内は C-W コンデンサコラム、検出、および分割抵抗、加速管、および離隔板上に置かれたセレン整流器などが、加速管に対して、おのおの対称に配置されている。C-W 最上部のコロナシールド内には、フィラメント用トランス、バイアス抵抗などが組み込まれている。各所に部品保護のための放電間隙を設け、せん絡時に損傷を受けないようにしてある。

2.2 高周波電力増幅部

図 5 に駆動電源および安定化回路のブロックダイアグラムを、また図 6 に駆動電源の外観図を示す。

原発振器の振幅安定度は、 $1 \times 10^{-4}$ /分程度である。この出力は誤差信号による変調を受けたあと、増幅器へ送り込まれ、最終段の電力増幅管 7T40 により高圧トランスに給電される。増幅器には高圧トランスの 3 次巻線より負帰還が施されているから利得は安定化している。

C-W の入力インピーダンスのうち容量性ものは図 3 に示す変圧器 2 次側のリアクトルで打ち消され、実効インピーダンスを高めている。これにより電力増幅 7T40 のプレート入力力は減少し、インピーダンスマッチングは良好となる。

2.3 安定化回路

原発振器、および 3 次巻線による局所的な負帰還回路によって高圧トランスの入力電圧安定度はきわめて良いが、さらに、高圧部より高抵抗を通して比較的遅い変動を、またコンデンサを通して早い変動を検出し、誤差増幅器を経て振幅変調器に戻し安定化している。図 7 はこの負帰還ループ内で測定した安定度の一例で 30 分間の電圧変動率は  $2 \times 10^{-6}$  に達している。

2.4 電圧の較正

発生電圧は検出抵抗の電流値、および高圧トランスの入力電圧から求められるが、これを較正する手段として電子回折を用いた。すなわち、後述の回折試料室に試料として金パクをそう入し、撮影された回折環の面間隔  $d$  に対応する半径  $r$  と、カメラ長  $L$  から、 $r \cdot d = L \cdot \lambda$  の関係を用いて波長  $\lambda$  を求め、表 1 から電圧を知ることができる。図 8 は加速電圧を 200 kV から 1,100 kV まで変えた場合の金の回折環で、高電圧になると高次の回折環が多く、1,100 kV では約 60 本まで数えることができた。図 9 は波長  $\lambda$  より求めた加速電

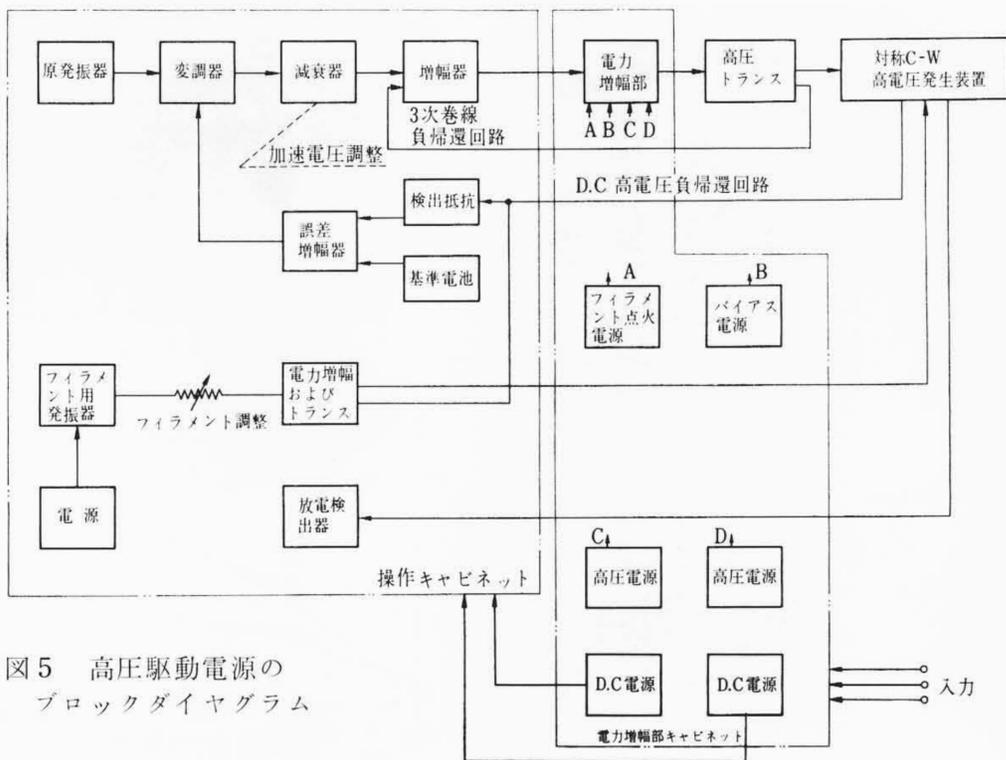


図 5 高圧駆動電源のブロックダイアグラム

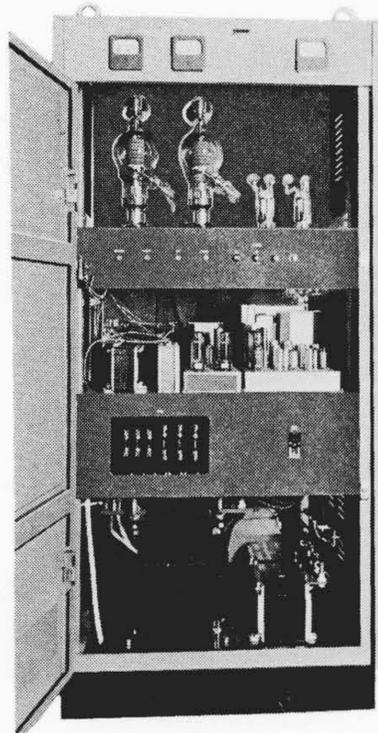


図 6 C-W 駆動高周波電力増幅部

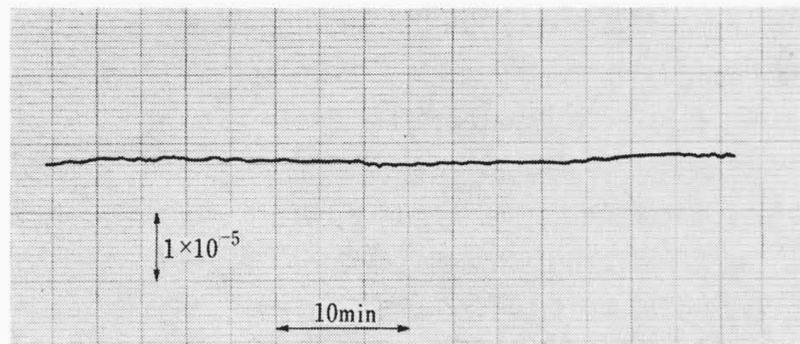


図 7 負帰還ループ内高圧安定度の一例

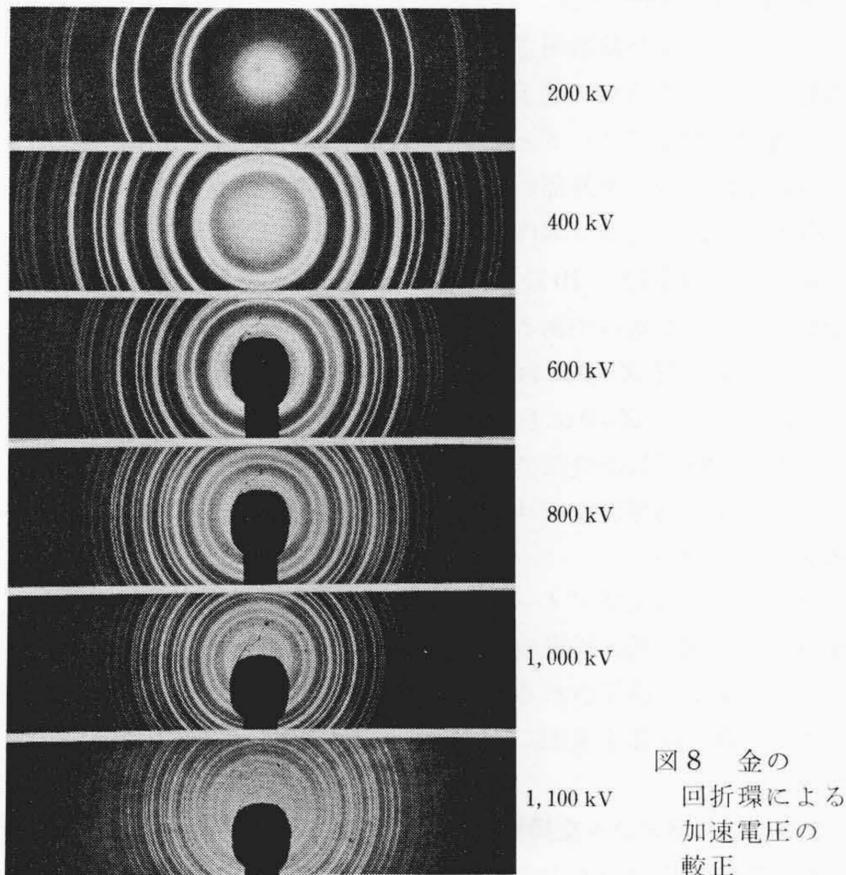


図 8 金の回折環による加速電圧の較正

圧と検出電流の関係で、1,100 kV まで直線であり、使用した抵抗に非直線性は認められない。

3. 加速管

対称 C-W 回路は 15 段であるが、加速管は 30 段で、1 段の C-W 発生電圧は抵抗分割して印加される。1 段当たりの印加電圧は最大 33 kV である。また全長は約 2 m あり 3 個の単位加速管が積み重ねられている。

3.1 加速管の構造

図 10 に加速管の外観を示す。加速管部の構造は図から明らかなよ

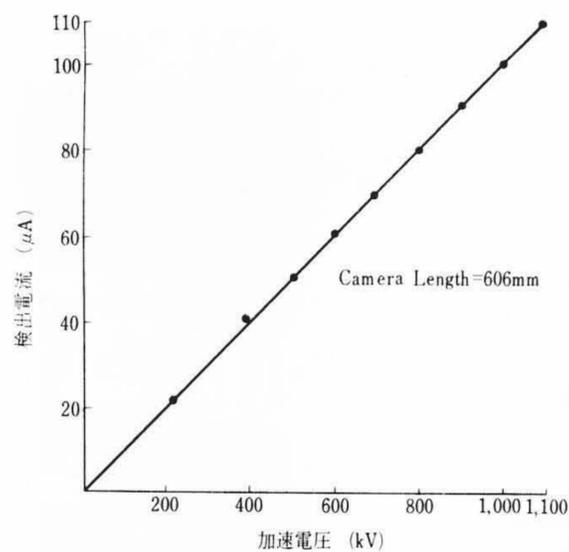


図9 金の回折環より求めた加速電圧と検出電流の関係

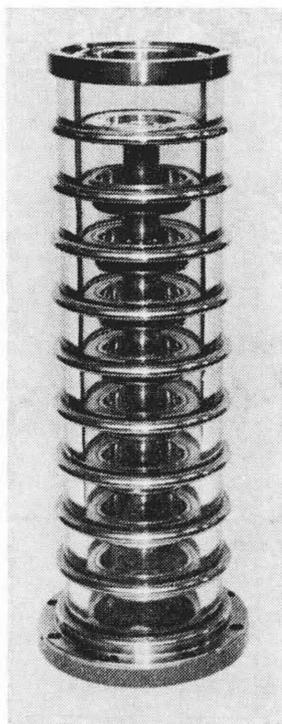


図10 加速管

うに、特殊ガラスで絶縁された電極保持用のフランジをサンドイッチ状に樹脂で接着されている。接着部の引張り強度、および真空気密は十分に得られている。たとえば  $15 \text{ kg/cm}^2$  の圧力ガス ( $\text{N}_2$ ) 中においても  $10^{-6} \sim 10^{-7} \text{ mmHg}$  の真空度が得られた。

電極の表面はバフ研磨され、十分な脱脂、脱ガスが行なわれている。また電極は漏斗状でネジ構造により取りはずしできる。地球磁界による電子線の偏向作用は初期導磁率の高い材料を併用すること、および鉄製タンクを用いることによって除くことができる。

### 3.2 電子銃

図11は電子銃およびフィラメント台の外観を示したものである。フィラメントを多数個用意しておきウエネルト円筒ごと交換する。着脱を容易にするため電子銃を小形にした。加速管の上部1段は小孔を有する第1アノードとなり、これに対向して電子銃が設置される。電子銃はタンク外部から絶縁操作棒で水平調整ができる。

加速電極によるレンズ作用は、軌道計算の結果<sup>(21)</sup>からほとんど無視できる。図12は10段加速で各電極間電圧が50kVの場合の電子軌道を示したものである。初期条件として、それぞれ、

- ① 光軸位置  $Z=0$  において 離軸距離  $r=0$   $dr/dz=10^{-3} \text{ rad}$
- ②  $Z=0$  において  $r=10\mu$   $dr/dz=0$

の場合、電極円筒中央部における電子の離軸距離をプロットしたもので、電子の初速度をゼロとし、ウエネルト円筒による収斂作用は考慮されていない。

ウエネルトおよびアノード近傍におけるクロスオーバの大きさ、輝度および開き角は従来の3電極電子銃と同じと見てよいから、この計算結果から推定される加速管出口における、電子線の広がり小さい。輝度は加速電圧に比例して増大し、明るい像を得ることができる。

### 3.3 フィラメント交換機構

加速管が圧力タンク中にあるためタンク全体をあけることなく、フィラメントを交換する構造としてある。電頭のフィラメントは他の加速器の場合と異なり、高い輝度を得るため高温で使用される。したがってライフが短く100~200時間程度であり、交換に手数がかかると実用的でない。フィラメント交換装置の原理は電頭の試料着脱と似ている。タンク内の高圧ガスをコンプレッサでリザーバタンクに移し変え、圧力タンク内を大気圧にしてから図2に示す交換用シリンダをタンク内にそう入し、加速管と連結せしめる。このようにして加速管内の電子銃を、このシリンダ内孔を通して外に取り出す。1回の操作に要する時間は加速管の排気時間を含めて約2時間である。

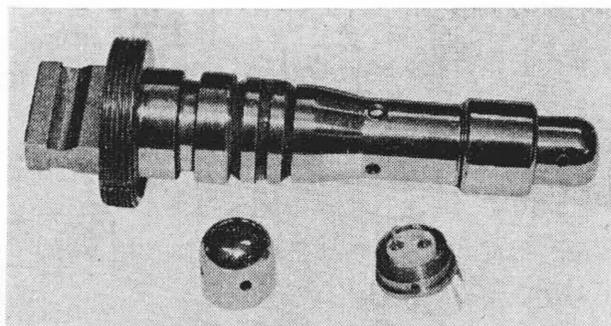


図11 電子銃

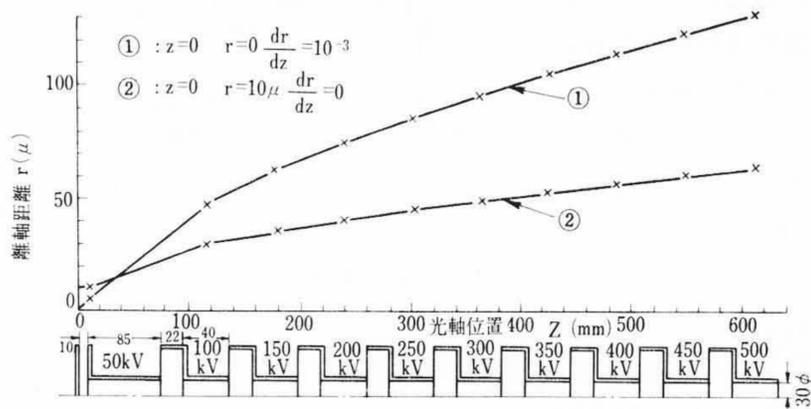


図12 加速電極系の電子軌道計算結果

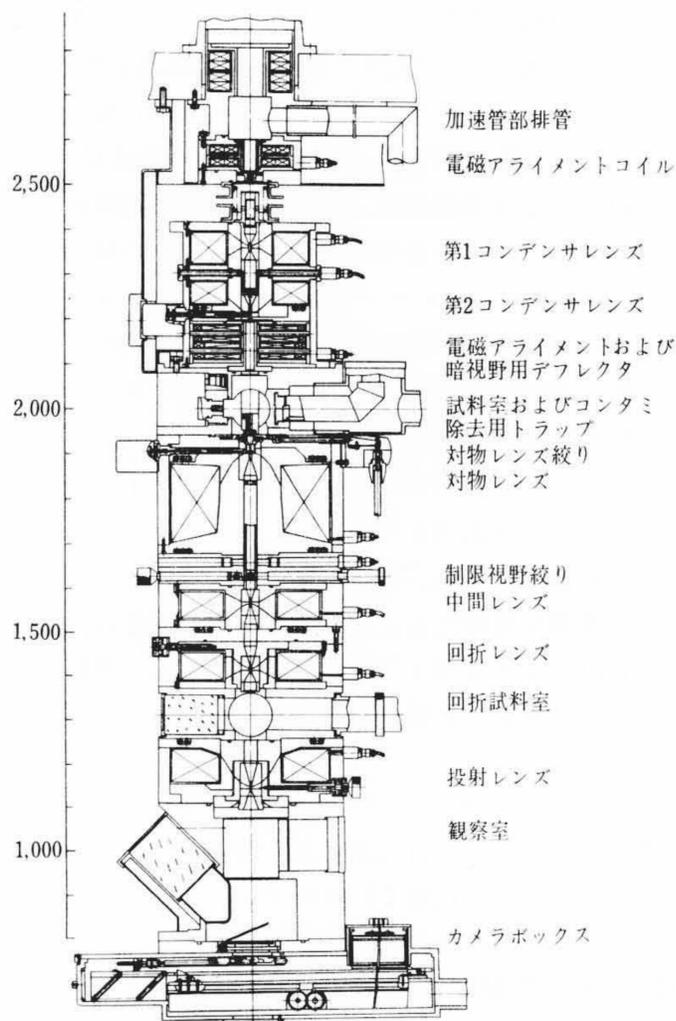


図13 鏡体断面図

## 4. 電子光学系

照射レンズ系としてはダブルコンデンサを、また写像レンズ系としては回折レンズを含む4段レンズ系を使用している。電子線の軸調整はコンデンサレンズの上下に電磁偏向装置（以下電磁アライメントと呼ぶ）を設け、操作盤上で調整できるようにしてある。また試料に斜め照射を行なう暗視野観察用偏向装置も組み込まれている。図13に鏡体の断面図を示す。

### 4.1 ダブルコンデンサレンズ系

第2コンデンサのみを用いた場合の試料面上におけるクロスオーバ縮小率は1/8であり、1,000kVにおける照射スポットの大きさは試料面上で約  $5\mu$  (半価幅) が得られた。さらに小さいスポットを得る場合には、第1コンデンサを用い、縮小率は最大1/20となる。試

料面上の最小スポット径は  $2\mu$  である。

第1コンデンサには固定絞りが、また第2コンデンサには可動絞りが用意されている。この可動絞りは遠隔操作が可能で、操作盤上で操作できる。また第2コンデンサレンズには電磁形スチグマトールがそう入されており、スポットの形状を、容易に補正することができる。このスチグマトールは対物レンズに用いたものと同様で、銅ハクをコイル状に巻いたものである。電子レンズの光心近くに配置するため、収差補償時の像のひずみが少なく、像の動きの小さいことが特長である。

加速管を出た電子線は、図13に示すように、加速管部排管をはさんだ上下2段の電磁アライメントによって第1コンデンサに対して調整される。電磁アライメントは X, Y の直角座標式で、傾斜、および水平の併用である。したがって従来の機械的なアライメント方式と同様な操作でよい。このアライメントは特にヒステリシスの少ない構造をとっている。対物レンズに対する電磁アライメントは第2コンデンサの下に、同様2段のコイルを備え暗視野角度としては試料面上で約  $0.7$  度 (at 1,000 kV) が得られる。この傾斜角では  $0.7\text{\AA}$  の格子面間隔に対応する暗視野像が得られる。

#### 4.2 試料室

試料室は付属装置、特に傾斜装置を取り付けうる万能試料室である。汚染の除去には液体窒素トラップを用い、後部排管中に設けたため左右の横窓は、他の付属装置にも用いることができる。たとえば蒸着装置、イオンエッチング装置などの実験装置を取り付けることができる。

下部回折試料室の横窓は上部試料室と同寸法であって互換性がある。超高圧電頭の場合は電子回折利用の度合いが大きく回折試料室の活用が期待される。ここに取り付けられる回折試料台は試料の透過ならびに反射回折いずれも利用でき、電子線軸に対してアジマス可変であり、エアロック機構により迅速に試料交換される。

加速電圧の測定はこの試料台に金パクなど既知物質を取り付けて行なわれる。また高分子材料などの電子回折には高分散回折として用いることも可能である。

#### 4.3 対物レンズ

超高圧電頭の場合にも、対物レンズの球面収差、および色収差係数が大きくなると分解能を高めることができない。金属薄膜のようなエネルギー損失の大きい試料の場合には、特に軸上、軸外色収差係数ともに像の質に影響するところが大きい。また球面収差は制限視野電子回折精度を決定する重要な因子である。

一方加速電圧の上昇に伴って必要な励磁アンペアターンは100kVの場合に比較して約4.25倍(表1)に増加し最大22,000アンペアターンとするからレンズポールピースの磁気飽和、および磁路各部の漏えい磁場を十分注意して設計しなければならない。

対物レンズは孔径  $7\phi$  のものを標準レンズとし、材質としては磁気飽和度の高い材料を使用する。磁路の形状は磁気回路のパーミアンスを計算し、磁路各部の磁束密度が  $1 \times 10^4$  Gauss 以下になるようにし、漏えい磁束を低くおさえる。傾斜装置用レンズとしては上部孔径  $20\phi$  の異径レンズを用いた。この場合の焦点距離は  $7\text{ mm}$ 、球面収差係数、および色収差係数はともに  $5\text{ mm}$  である。

超高圧電頭の大きな特長である最小制限視野径は、面間隔  $d=0.8\text{\AA}$  に対して  $500\text{ kV}$  では傾斜装置用レンズを用いて、 $550\text{\AA}$ 、また  $1,000\text{ kV}$  では、 $130\text{\AA}$  になり、実際には制限視野絞りの作製が問題になる。

スチグマトールは第2コンデンサレンズと同形式のものを用いた補償電流による像の動きはきわめて小さく、 $1\mu$  の非点収差に対して像の動きは  $500\text{\AA}$  以下であった。非点収差の方位、および量の調整は操作盤で行なわれる。

#### 4.4 中間、回折および投射レンズ

4段系写像レンズで、上から順に中間、回折、および投射レンズと名づけられる。4段レンズの使用法としては種々あるが、回折レンズは主として制限視野回折のカメラ長を長くするのに用いられるのでこのように名づけられる。

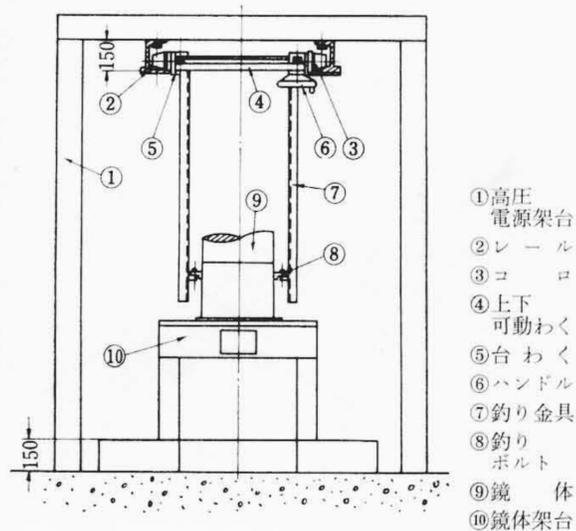


図14 リフティング装置

3段系で用いる場合は対物、中間、および投射レンズで、この場合の制限視野回折のカメラ長は、 $1,000\text{ kV}$  で  $530\text{ mm}$  である。通常の金属結晶に対しては実用上差しつかえないが、回折スポットの微細構造の観察、および高分子材料などのように面間隔の大きな結晶の場合には、さらに大きなカメラ長を必要とする。回折レンズを用いる場合カメラ長は  $1,000\text{ kV}$  において最大約  $2\text{ m}$  となる。回折レンズはもちろん像の拡大にも用いることができ、この場合は、投射レンズの役目を果たす。最高倍率は  $100,000$  倍である。各レンズポールピースは観察室、回折試料室などの窓から取りはずしできる。

#### 5. X線の防御

鏡体各部からのX線は少なくとも稼動状態で  $0.5\text{ mr/h}$  以下でなければならない。電子線の大部分はコンデンサで遮断され、試料室以下は  $0.1\mu\text{A}$  以下であるから、コンデンサ部のX線シールドを重点にした。図13に示すように、厚い鉛板でコンデンサレンズ部全体をおおった。

電子レンズ系の各部、すなわち電子線が衝突する壁面、および絞りのある部分にはアルミ、またはアルミ合金、およびベリリウムを用いて放射されるX線を少なくし、かつシールド効果を良くするようにした。鏡体部は鉄の磁路、および銅線コイルの厚みがあるため透過して来るX線は認められないが、絞りなどの間げき部の漏えいX線がある。この部分は別に鉛カバーによってシールドされた。

観察室部およびカメラボックスからのX線をシールドすることが最もめんどろである。蛍光板としてカドミウムサルファイト系を用いる場合は、カドミウムからのX線が強い。発光効率、および像のコントラストはこの蛍光体が最もよいのでこれを用いざるを得ない。このためのぞき窓には特殊鉛ガラスを使用した。後部の真空排管部からのX線漏えいをシールドするため、排気系と鏡体の間にそれぞれ鉛板のドアを用いた。

#### 6. 鏡体組立機構(リフティング装置)

鏡体各部はそれぞれ複数個に分離できる構造であるため、解体、および組立のためリフティング装置を備えている。図14はリフティング装置の構造を示したものである。鏡体各部にはボルト穴があり、リフティング装置の釣り金具を固定するのに用いる。釣り金具は図14の台わくに固定され、ハンドルを回転することによって  $50\text{ mm}$  持ち上げられる。台わくは図に示すように、車で前後に移動することができる。手前に移動した鏡体は天井のチェンブロックによって床面に降ろし解体する。電頭の使用時には台わくの代わりにコンデンサ部の鉛シールドをつり下げるのに利用できる。鉛シールド板は、前後に移動可能であるため、コンデンサ部、およびアライメント部の点検が容易である。

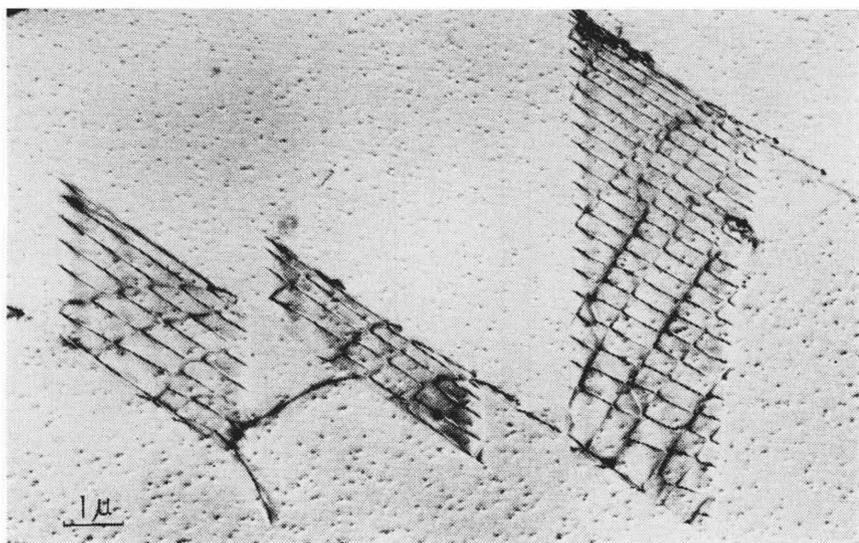


図15 ステンレス薄膜の網状転位像

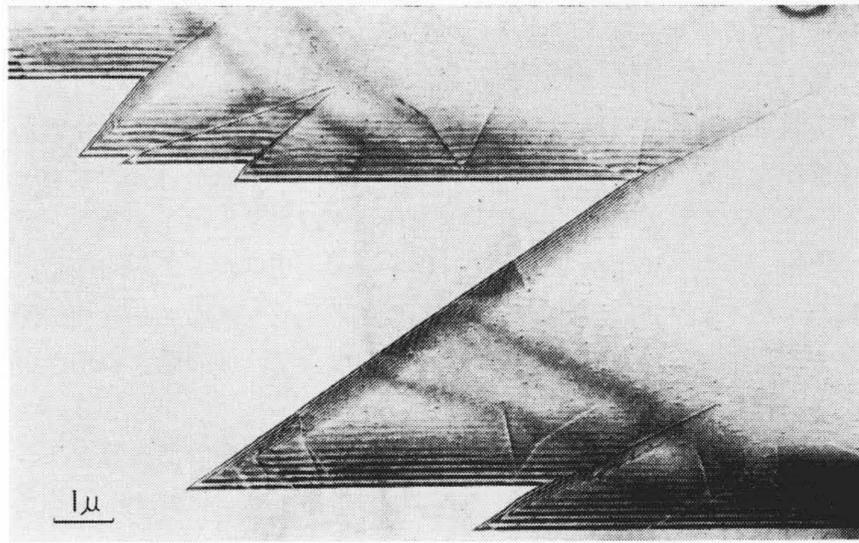


図16 ステンレス薄膜の結晶境界の等厚干渉しま

## 7. 排 気 系

排気系には2系統がある。1系統は加速管部に、他は鏡体の排気に用いられる。両系統は鏡体で連結されているが、コンデンサレンズ、および固定絞りの排気コンダクタンスは小さいから高真空時は完全に別系統と見ることができる。油拡散ポンプのバックストリームを除くために水冷バップルのほかに、長時間液体窒素を保持し得るトラップを用いた。加速管と鏡体の間にはエアロックを備えて加速管部を常に高真空に維持し得るようにした。加速管部の真空度は $2 \times 10^{-6}$  mmHg以下である。

## 8. 付 属 装 置

金属薄膜の観察に必要な装置として傾斜装置がある。さきにわれわれが開発した傾斜装置は傾斜角10度全方位の傾斜が可能であり、特に電動であるため大形鏡体の場合にも操作性が良い。またこの装置を用いて試料を800°Cまで加熱することができる。このほか傾斜装置としては傾斜角30度の装置が開発された。高分子材料などの観察に用いるには冷却装置を、また転位などの早い現象を観察記録するには輝度増倍装置を装着する。特に特殊の電子衝撃導電膜を用いる輝度増倍装置は高電圧電子線の場合、増幅度が大きく、タイムラグの小さい利点がある。

## 9. 撮 影 例

傾斜装置を用いて金属薄膜の撮影を行なった。図15~17はそれぞれステンレス薄膜で網状転位および結晶境界の等厚干渉しまを写したものである。

## 10. 結 言

電顕による金属学研究の発展は最近とみに盛んになり、一部金属学者の間には Electron Micro Metallurgy なる言葉さえ生まれている。特に薄膜の観察が、その試料作製技術の進歩に伴って普及したことから、現在では実用金属の域にまで広がり緒言で述べたような必要性から高電圧電顕出現の要望が高くなった。高圧電顕としては単に試料の透過性のみでなく、金属中の微小析出物あるいは微細な組織の観察が主目的であるから、解像度が商用電顕に比べて劣るのは好ましくない。また操作性性能も商用電顕と同等でなければ金属学者の使用に耐えないものとなるので、今回の開発もこの点に十分な考慮を払った。たとえば軸調整は電顕の操作において最も困難な作業の一つであるが、対物レンズをはじめ、他のレンズ系の磁路構造、および材質を十分に検討し電子レンズ系としての軸調整の容易さを商用電顕のそれに劣らないようにした。高電圧発生装置、および加速管の作製、高圧トランスの設計に当たり日立製作所国分工場の加速器技術、および高圧変圧器技術を利用できたことは幸いであ

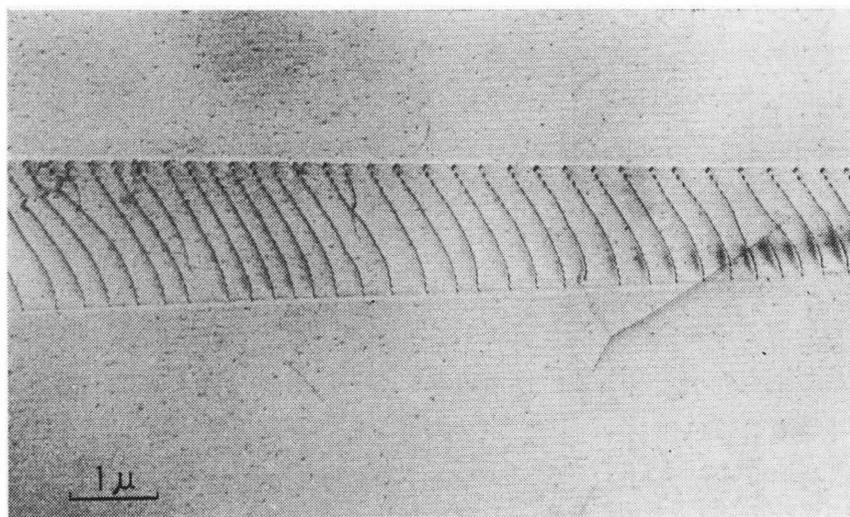


図17 ステンレス薄膜の転位像

った。

本装置の開発に当たり、日立製作所那珂工場、国分工場、亀戸工場、亀有工場、日立電線株式会社日高工場、および日立製作所中央研究所工作部関係者のご協力を得た。ここに深く感謝の意を表する次第である。

## 参 考 文 献

- (1) たとえば Fujita et al: 6th Int. Confe. Electron Microscopy Kyoto 1 289~292 (1966)  
Imura et al: 6th Int. Confe. Electron Microscopy Kyoto 1 297 (1966)
- (2) P.B. Hirsch: J. Phys. Soc. Japan 17(1962)143 Suppl,13-II
- (3) R. Uyeda, M. Nonoyama: Melbourne Conference Aug. (1965)
- (4) H. Hashimoto: J. Appl. Phys. 35 (1964) 277
- (5) R. Uyeda, M. Nonoyama: J. JAP. 4 (1965) 498
- (6) H. Watanabe, A. Fukuhara, K. Kohra: J. Phys. Soc. Japan 17 (1962) Suppl, B-II
- (7) 西垣, 片桐ほか: 電顕学会講演会(21回) 5月鹿児島 (1965)
- (8) 小林, 水渡ほか: 電顕学会講演会(17回) 5月慈恵医大(1961)  
K. Kobayashi et al: 6th Int. Confe. Electron Microscopy Kyoto 1 579 (1966)
- (9) V. K. Zwarykin et al: J. A. P. 12 738 (1941)
- (10) V. Dorsten et al: Philips Tech. 19 193 (1947)
- (11) B. Tadao et al: J. Electron Microscopy 4 5~9 (1956)
- (12) K. Kobayashi et al: Int. Conference E. My. (1958) Berlin p. 165
- (13) V. M. Popov: Second All Union Confe. E. My. (1958) Sept. 13. Moscow
- (14) G. Dupouy et al: Comptes Rendas 1252 3687 (1961)  
Comptes Rendas 1253 2435 (1961)
- (15) B. Tadano, H. Kimura et al: J. of Electron Microscopy 14 88 (1965)
- (16) S. Shimadzu et al: 6th Int. Confe. Electron Microscopy Kyoto 1 101 (1966)
- (17) B. Tadano et al: 6th Int. Confe. Electron Microscopy Kyoto 1 103 (1966)
- (18) M. Watanabe et al: 6th Int. Confe. E. My. Kyoto 1 105 (1960)
- (19) Cosslett et al: 6th Int. Confe. E. My. Kyoto 1 99(1966)
- (20) E. Baldinger: Kaskadengenerator Hand Buch Der Physik XLIV S-1~63 (1959) Springer Berlin
- (21) 丸勢, 榊ほか: 6th Int. Confe. E. My. Kyoto 1 115 (1966)