

# H-500形高性能電子顕微鏡の新機能

## New Functions of Model H-500 High Performance Electron Microscope

透過形電子顕微鏡は、その性能・機能の向上により研究分野を急速に広げつつある。分子や原子領域の超微細構造を直接観察する試みも多くの研究分野に浸透しつつあり、あるいは試料中の数百オングストローム以下の微小部をX線分析するなど画期的な分析装置としても期待されている。このような状況のもとで、常に最高性能を保持し、数種の付属装置を組み合わせても多様な機能を十分に発揮できることが最も必要な条件となる。

H-500形高性能電子顕微鏡は、それら高度の要求に応じるためHU-12シリーズの優れた性能・機能を拡張し、操作性の大幅改善に加えて、高安定性をもつ万能な高性能電子顕微鏡として完成された。本論文は、高分解能(1.4 Å)、広視野極低倍(100~16万倍)、トータルシステムなど新機能を中心に性能、応用について述べる。

窪添守起\* *Morioki Kubozoe*

木村 力\* *Chikara Kimura*

上村昌司\* *Shōji Kamimura*

岡村定彦\* *Sadahiko Okamura*

### 1 緒 言

従来、ややもすると高性能電子顕微鏡(以下、電顕と略す)は性能重点にかたより、且つ最高性能を発揮させるには操作者の熟練にたよる傾向があった。

H-500形電顕の試作に当たっては信頼性が高く、高性能・多機能及び操作性の向上に重点をおいた。加速電圧、励磁電流の早期安定及び経年変化のない高安定度、広視野極低倍を含めた広い倍率範囲、並びに倍率変換に伴う明るさの逃げ、像の動き、非点の変化及び焦点ずれを無くす磁気回路の研究を行なった。一方、日常操作については、操作者の注意力、労力を軽減し、本来の像観察に集中できるよう試料交換操作、撮影操作などを信頼性の高い自動化とする開発を行なった。加えて試料の傾斜ができ、透過電子像・走査二次電子像及び走査透過電子像の三つおりの像観察と試料の微小部X線分析のできる、いわゆるトータルシステムを研究し日立製作所独自の高いX線取出し角をもつニュー トータル システムを完成した。

本機で得られた主要な性能は次のとおりである。

- (1) 加速電圧：10kV, 25kV, 50kV, 75kV, 100kV, 125kV  
の6段変換
- (2) 倍 率：100~800,000倍 ズーム式倍率変換
- (3) 分 解 能：1.4 Å 格子像, 3 Å 点間隔像
- (4) 電子回折分解能指数及びカメラ長
  - (a) 制限視野回折： $5 \times 10^{-6}$ , 100~2,300mm
  - (b) 高分解能回折： $1 \times 10^{-6}$ , 395mm, 505mm
  - (c) 高分散回折： $2 \times 10^{-6}$ , 0.5~60m
- (5) 到達真空度： $5 \times 10^{-6}$ Torr以下、全自動排気系以下、新機能を中心にH-500形電顕の諸特性について述べる。

### 2 構 成

H-500形電顕は三つの主要部分、すなわち鏡体、排気系及び電気系から構成されている。図1は顕微鏡本体部の外観である。

鏡体は大別すると、10~125kVの範囲にわたって効率よく電子線を放射するよう加速電圧に連動し、カソードとアノードを最適距離に設定する電子銃、電子線径0.5~10 $\mu$ m $\phi$ 、照

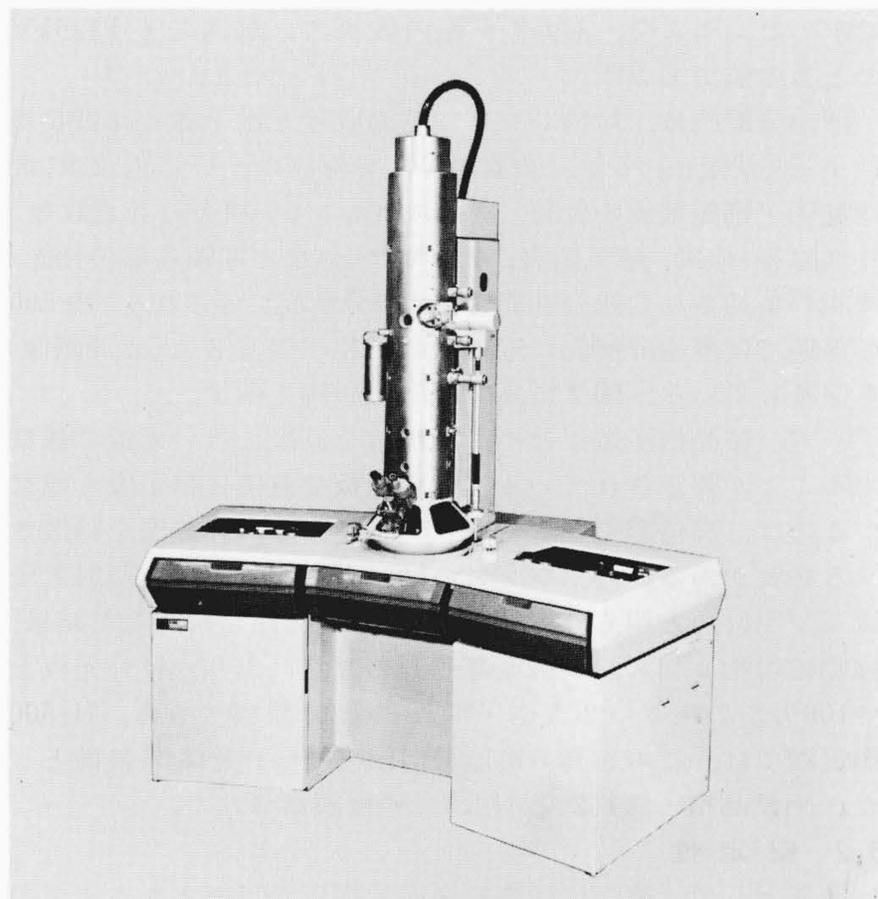


図1 H-500形高性能電子顕微鏡 H-500形高性能電子顕微鏡の本体部外観を示す。

射角 $1 \times 10^{-3}$ rad以下の入射電子線を得る2段収束レンズ、入射電子線を偏向させ軸合せ・電子線傾斜を行なう2段電磁偏向コイルからなる照射系・試料室、互いに磁氣的な干渉を起こさないよう独立磁気回路方式の対物レンズ、中間第1投射・第2投射の4段レンズから成る形像系、主けい光板(190mm $\phi$ )、シャッタを兼ねた焦点合せけい光板の終像スクリーンをもつ3方のぞき窓の観察室及び自動フィルム送りのカメラ室から成る観室記録系から構成されている。

操作卓は明るさ調節付きの指示パネルを内蔵したフラット式である。操作ノブは主・補助パネルとも使用頻度を考慮し、各機能ごとに系統的に配置している。

\* 日立製作所那珂工場

電気系は集積回路(IC)化を含めた全ソリッドステート方式とし、更に信頼性向上のために全面的な無配線化を実施し、電力を供給する電源部を除き、すべて左右操作盤内に組み込まれている。

### 3 性能

#### 3.1 分解能

電顕の性能は主として分解能で示される。H-500形電顕の対物レンズの諸常数は次に示すとおりである。すなわち、

項 目	超高分解能(S.H.R)	高分解(H.R)
励磁力 $IN/\sqrt{E}$	20	16
焦点距離 $f_o(\text{mm})$	1.5	1.8
球面収差係数 $C_s(\text{mm})$	1.5	1.8
色収差係数 $C_c(\text{mm})$	1.3	1.5
理論分解能 $d_m(\text{Å})$	2.4	2.5
最適開き角 $\alpha_{opt}(\text{rad.})$	$9.6 \times 10^{-3}$	$9.1 \times 10^{-3}$

理論分解能： $d_m$ 、最適開き角： $\alpha_{opt}$ はSchertzerの式、

$$d_m = 0.5(C_s \lambda^3)^{1/4}, \alpha_{opt} = 1.4(\lambda/C_s)^{1/4}$$

で求めた。ここで、 $\lambda$ は電子線の波長で、加速電圧は125kVのときの値である<sup>(1)</sup>。

理論分解能は、対物レンズの球面収差と電子線の回折収差によって決定されるが、装置の保証分解能は、更に色収差(加速電圧・励磁電流の変動、試料のエネルギー損失)、非点収差、外部障害(振動、磁気妨害、熱ドリフト)など電顕各部の性能・機能の集約された総合性能としての分解能で示される。H-500形電顕では理論分解能に近い1.4 Å(格子像)、3 Å(点間隔像)を保証している。図2に高分解能撮影例を示す。

一方、結晶格子像などの微細構造を直接にけい光板で観察することが要求されている。けい光板で直接に格子像を観察するには、高倍率で明るく、コントラストの高い像を結像させる必要がある。対物レンズの励磁力、電子線径、照射電子流及び照射角と明るさ・コントラストの関連を研究した結果、強励磁対物レンズ、高輝度電子源の改良により、けい光板上で100万倍の明るい2 Å格子像が肉眼で観察できる。H-500形電顕では、この超高分解能(S.H.R)モードを標準装備とした。Ni結晶格子像1.2 Åが初めて直接観察された。

#### 3.2 安定性

装置として、実際には高解像度の撮影が可能となるまでの時間、更には時間の経過により解像度の低下がなく、常に最高分解能を発揮できることが極めて重要なことになる。時間の経過による解像度の変化には秒や分で測られる撮影中の変化と経年変化など信頼性を含めた長時間の変化とがある。

撮影中の変化は試料の流れ、加速電圧・励磁電流の変動及び磁気妨害、振動などがある。H-500形電顕において、試料微動機構は各部の摩擦、力の平衡を考慮した構造で優れた機械的安定性、微動能力をもっている。更に試料ステージの熱ドリフトを避けるため、磁路水冷式を採用して総合的な試料ドリフトは0.1 Å/s以下である。加速電圧・励磁電流はIC化の全ソリッドステート方式とし、 $2 \times 10^{-6}/\text{min} \cdot 1 \times 10^{-6}/\text{min}$ の高安定度を保証している。鏡体は外部磁場の影響を受けないよう磁気しゃへい筒に収められた二重磁路方式であり、2 mGの磁気変動にも影響されない。鏡体を載置した本体架台には、6個の減衰素子をもつ除振装置が装備されており、左右操作盤、操作卓と完全に分離された耐振構造となっている。設置場所の許容振動数振幅は5Hz-2 $\mu$ 、10Hz-5 $\mu$ 、50Hz-8 $\mu$ である。

以上各部の優れた性能・機能は、高い保証分解能として証

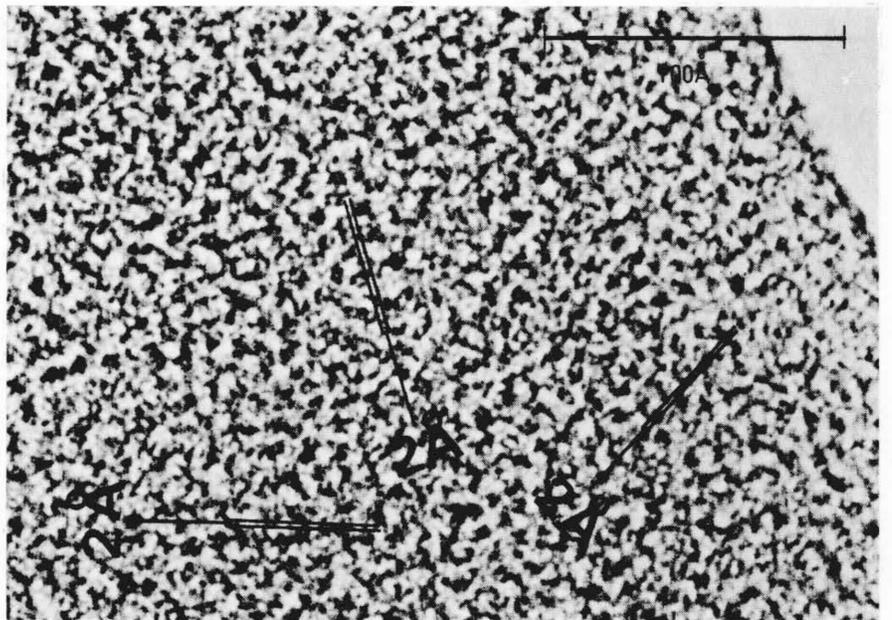


図2 点間隔像(2 Å) カーボン蒸着粒子による点間隔像2 Åの高分解能撮影例を示す。

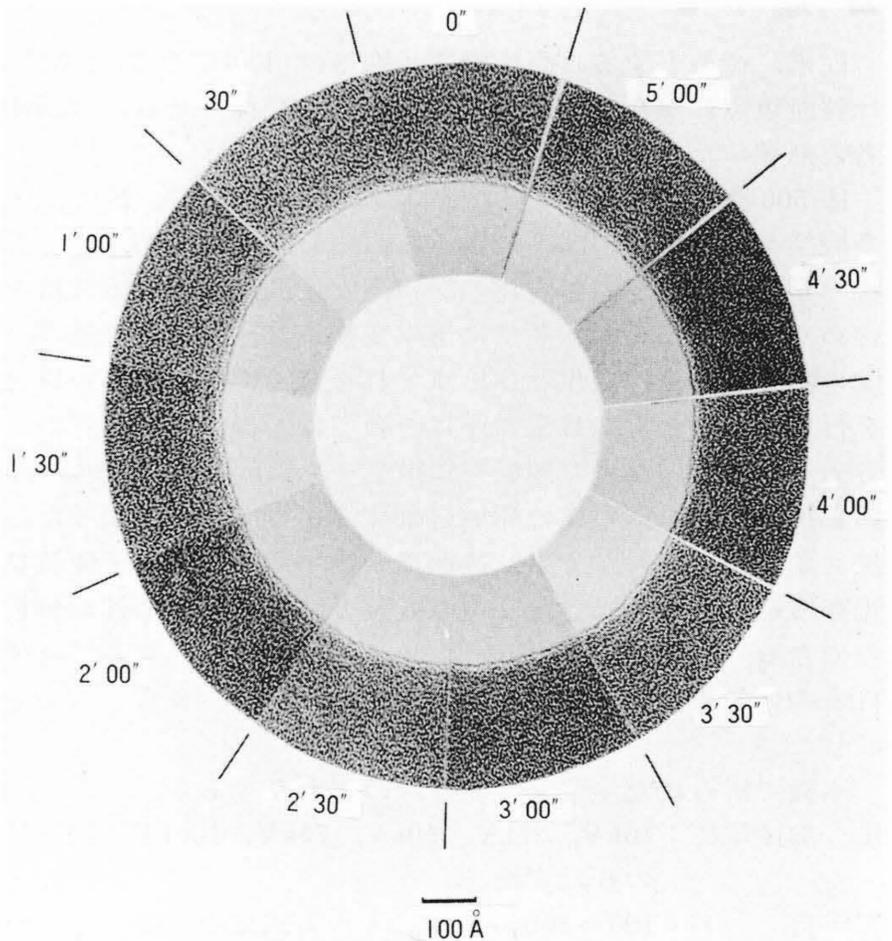


図3 総合安定度測定テスト例(連続撮影法) 直接倍率30万倍、30秒間隔で6分間の連続撮影法による総合安定度の測定例を示す。フリッジ幅の変化から算出した総合安定度は、 $2 \times 10^{-6}/\text{min}$ 以下である。

明されている。また図3は、30秒間隔で6分間の連続撮影法による総合安定度の測定テスト例である。フリッジ幅の変化から算出した総合安定度は、 $2 \times 10^{-6}/\text{min}$ を示している。

長時間の信頼性は、特に加速電圧の安定性にかかっている。すなわち、高圧側帰還安定回路の高圧基準抵抗の経年変化起動ドリフトを含めた温度変化が重要な問題となる。従来、この種装置の高圧基準抵抗は絶縁油に浸せきされており、且つ温度変化の影響を抑えるため水冷している。しかし、起動ドリフト及び絶縁油の対流による微小電荷を完全に除去安定した $10^{-6}$ オーダの高安定度を得るには、長時間を要するH-500形電顕では新たに開発した経年変化、温度変化の少ない抵抗素子を一体化構成とした高圧基準抵抗を採用し、安定した加速電圧が得られる。しかも、高安定に達するウォームア

アップ時間は、水冷なしで約20分で済み、水冷を必要とする従来装置の約 $\frac{1}{10}$ に短縮された。

以上のような高い総合安定性はスルーフォーカス撮影などの精密な焦点合せの場合に大きな効果を発揮する。図4は直接倍率50万倍におけるコロジョン膜孔の撮影例である。

## 4 機能

### 4.1 広視野極低倍率(S.L)

電顕の発達過程がより高分解能、高倍率と進んできたため、低倍率特に広視野極低倍率観察がおろそかにされてきた。広視野極低倍率観察は、特に生物医学分野において光学顕微鏡(以下、光顕と略す)と電顕との対比、更には光顕より数段優

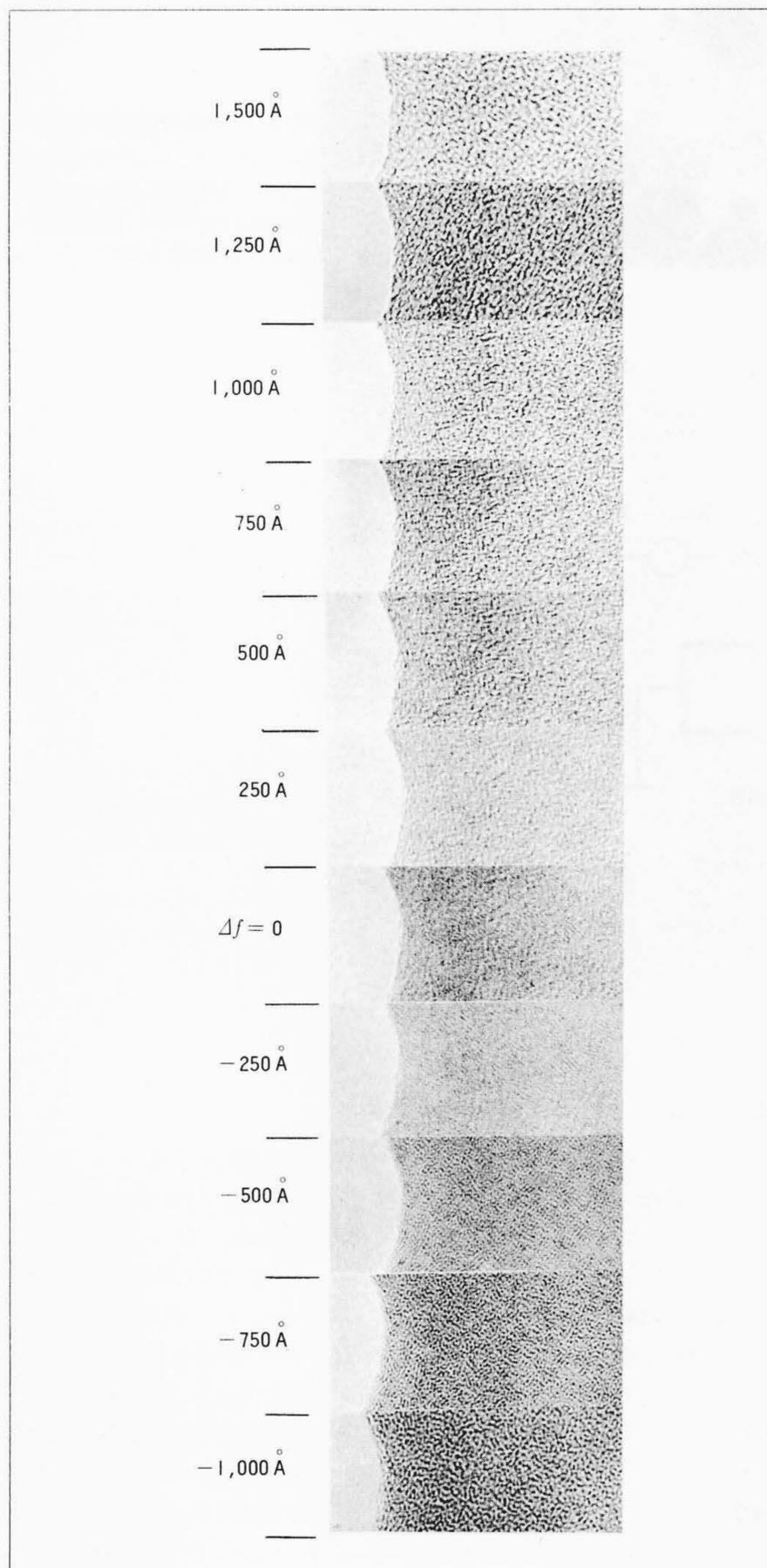


図4 スルーフォーカス撮影( $\times 500,000$ ) 直接倍率50万倍におけるコロジョン膜孔のスルーフォーカス撮影例を示す。最小極微調整としては、50 Å/ステップ(22段)が可能である。

れた解像度でより多くの情報量をもつ広視野像をとらえて分析するなど、高倍率観察と同様に重要な意味をもっている。

一般に高性能電顕の形像系は、対物・中間・第1投射・第2投射の4段レンズ系である。これは従来の3段レンズ系よりはるかに倍率範囲を広くとれるが、それでも試料の広い面積を優れた解像度でひずみや周辺ぼけなしに結像するのは困難である。すなわち、低倍率で広視野像を得るには必然的にレンズを弱励磁で使用することになり、レンズ収差が増大する。従来装置で広視野極低倍率を得るには、対物レンズ励磁を切り、中間レンズで焦点を合わせる3段レンズ系としての方法がとられている。これは、中間レンズの焦点距離を100mm以上としなくてはならず、いわゆる対物レンズの役目をする中間レンズが極端な弱励磁となって各種収差が増大し、メッシュ像と呼ばれる低解像度の像しか得られない。

HU-12シリーズの電顕は、1,000~50万倍までの各倍率について電子計算機で求めた最適励磁、レンズ諸常数及びレンズの組合せを採用し、全倍率範囲で各種収差及び焦点ずれが最小となるズームレンズシステムである<sup>(2)</sup>。H-500形電顕は、これに加えて広視野極低倍率の条件を折り込んで、新たに求めた最適励磁、レンズ諸常数を採用し、4段レンズ系による広視野極低倍率(S.L)モードを標準装備としている。倍率範囲は100倍から16万倍、試料面上の視野径は $600\mu\text{m}\phi$ と通常の100倍の広視野が得られる。ひずみはもちろん、広視野で最も重要な周辺ぼけのない高解像度で観察・撮影ができ、光顕との完全な対比も含めて極めて有効な新機能である。図5に直接倍率500倍の撮影例を示す。周辺ぼけ、ひずみのない高解像度であり、引伸し倍率として約10倍まで可能である。

### 4.2 露出計

フィルムの黒化度は、照射された電荷量( $\text{C}/\text{cm}^2$ )に依存する。従って、露出計の精度は従来のCdsセルによる間接方式より直接電子線密度を測定するほうが優れている。H-500形電顕は、 $120\text{mm}\phi$ のけい光板を電子線検出器として電子線密度( $\text{A}/\text{cm}^2$ )とあらかじめ選択したシャッタースピード(s)との積、すなわち電荷量を露出メータに表示する電子線検出方式を採用した。フィルム上の電荷量を読み取ることで、正確な露出による写真撮影ができる。図6に回路図を示す。電子線検出器の電子線量とシャッタースピード( $\frac{1}{2}$ ~32s)を対数電圧変換して加算し、電荷量を表示する。従って、シャッタースピードを決め露出メータの指示がフィルムに適切な電荷量になるよう電子線量一像の明るさを調節すればよい。しかも所定の電荷量するとき、ランプが点灯するように設定(図6のV.R)できる。すなわち、一度設定しておくとも明るさ、あるいはシャッタースピードを変えてもランプの点灯によって適正露出が一目で分かり、シリーズ撮影にも有効である。

## 5 操作性

### 5.1 真空排気

清浄な高真空は電子銃の微小放電をなくし、試料汚染を少なくするうえで重要である。図7に排気システムを示す。鏡体に接続される主排管は排気抵抗を小さくし、アウトガスを少なくするため、大口径のステンレスパイプを用い、要所に液体窒素冷却トラップ、水冷バツフルを設けて鏡体内への油蒸気の流入を防止してある。到達真空度は $5 \times 10^{-6}\text{Torr}$ 以下である。ペニングゲージは、高真空度を測定すると同時に電子銃に印加する加速電圧の安全保護の検知器として兼用されている。ピラニゲージは2個所に設けてあり、各部の真空度を測定すると同時にニューマチックバルブを自動的に開閉する。排気

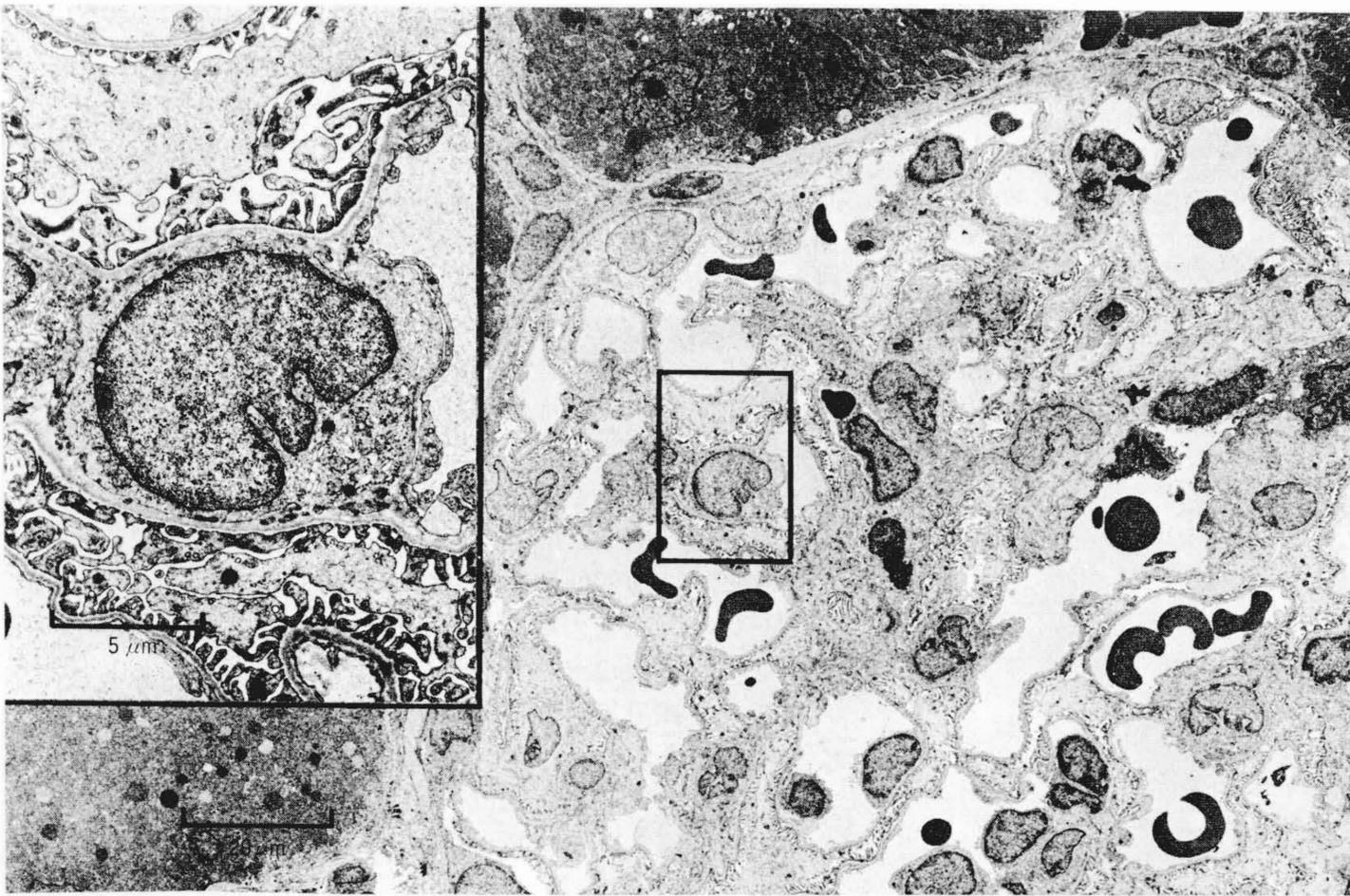


図5 広視野極低倍率  
( $\times 500 \times \frac{2}{3}$ ,  $\times 2,000 \times \frac{2}{3}$ )  
ラットの腎臓系球体の広視野極低倍率の撮影例で、直接倍率は500倍、2,000倍を示す。

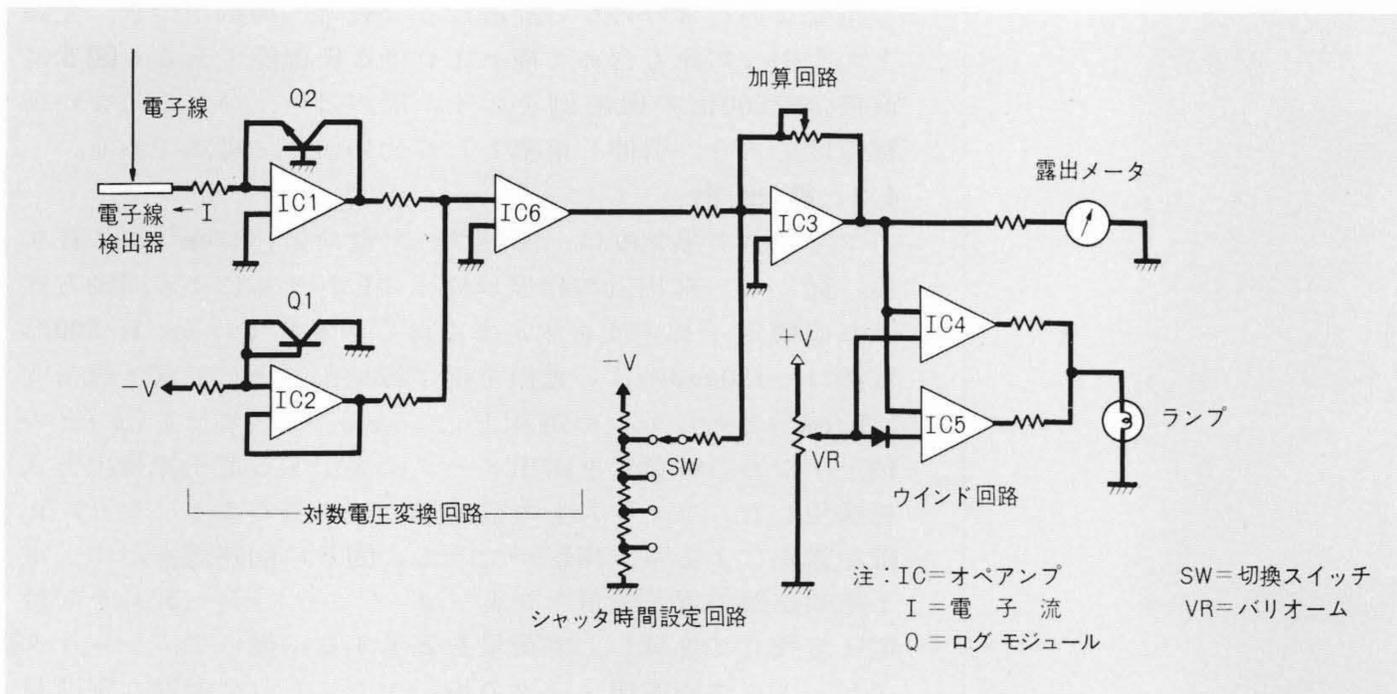


図6 露出計回路図  
H-500形電顕の露出計は、電子流密度(A/cm<sup>2</sup>)とシャッタースピード(s)との積、すなわち電荷量(C/cm<sup>2</sup>)を表示する電子線検出方式である。

操作は始動ボタンを押すだけで主・予備排気とも真空度検知によるプログラムに従って自動的に行なわれる。試料、フィルム、フィラメント交換などの排気操作もすべて自動的に行なわれる。各部の真空度、バルブの開閉状況は系統図とパイロットランプによるモニタシステムで常に表示されており、誤操作、停電、断水などの外因事故に対しても安全保護操作が直ちに行なわれるなど、完全自動の無人運転が可能となっている。

### 5.2 試料交換

試料室は鏡体と同じ高真空に保たれ、同時に6個の試料が装填できる試料交換室及び試料を鏡体内の試料ステージに着脱する試料交換ホルダから構成されている(図8参照)。試料交換室から任意の試料を選択した試料交換ホルダの往復一回転動作はニューマチック駆動により自動的に行なわれる。検鏡時に最も頻繁に行なわれる試料交換操作が誤動作なく迅速にでき、電顕の稼働率の向上に役立っている。

## 6 ニュー トータル システム

試料の装着方式は、対物レンズの上から挿入するトップ エントリ(Top Entry)と横からのサイド エントリ(Side Entry)の異なる二つの方式がある。前者は高分解能、レンズモードに合わせて試料位置を大きく変えられるなどの特徴をもち、H-500形電顕の基本形となっている。また後者は観察している視野中心の傾斜が可能であるなどの特徴をもちている。

試料の全方位傾斜ができ、透過電子像、走査二次電子像、走査透過電子像<sup>(3)</sup>の三とおりができ、更に試料の微小部X線分析<sup>(4)</sup>ができるシステムをトータルシステムと呼んでいる。図9に外観を、図10に構成を示す。H-500形電顕ではトップエントリ方式、あるいはサイドエントリ方式とX線取出し方法の組合せによって次に示す日立製作所独自の3方式がある。

- (1) Top-Xray take off/Top Entry(T/T方式と略す)
- (2) Top-Xray take off/Side Entry(T/S方式と略す)

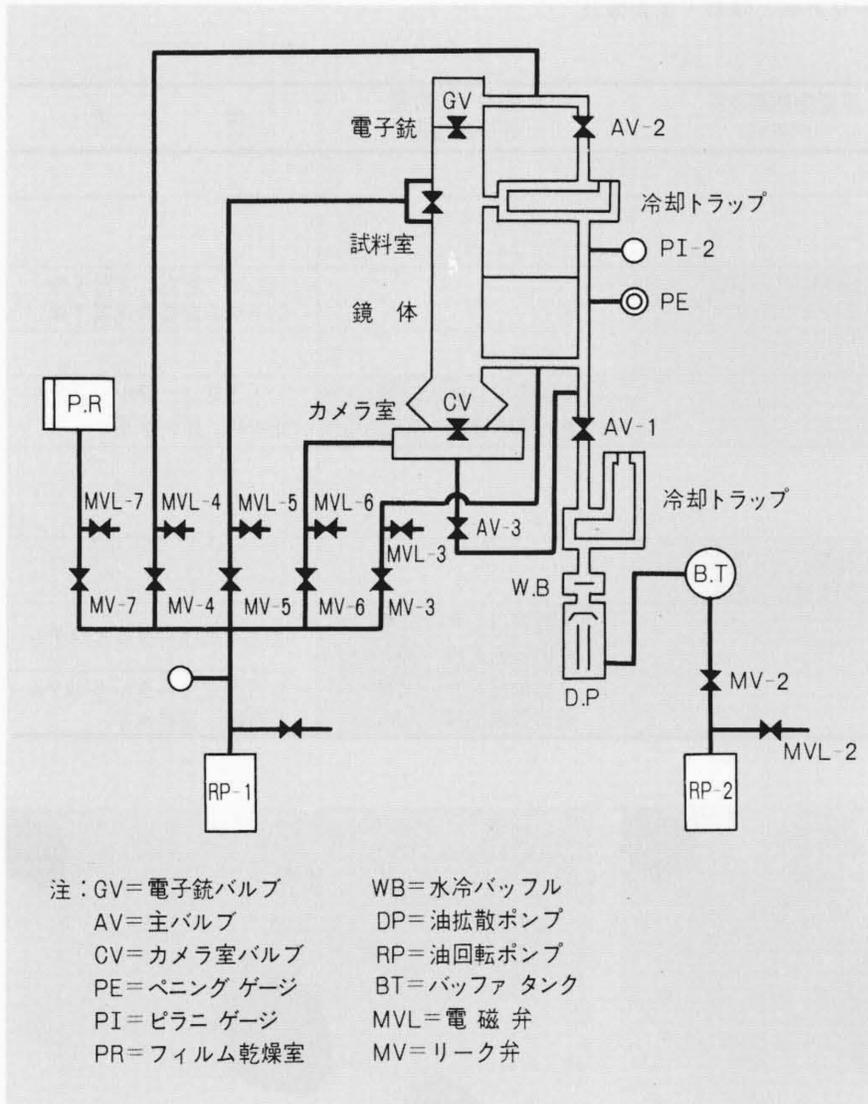


図7 真空排気系統図 H-500形電顕の完全自動真空排気系統図を示す。全バルブ(AV, MV, MVL, GV, CV)は真空度検知(PI, PE)により自動排気を行なう。

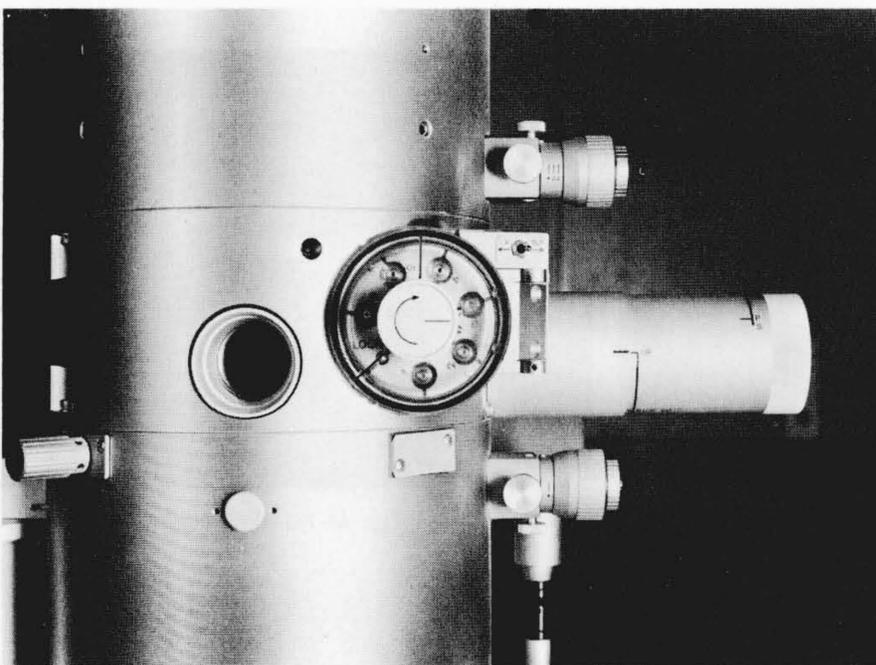


図8 自動化された標準試料室 6個取りマガジン及びニュー マチック駆動の試料交換ホルダから成る試料室外観を示す。

(3) Side-Xray take off/Side Entry (S/S方式と略す)

T/T方式は試料を上から入れてX線を上から取り出す方式で、X線取出し角は75度と最大である。T/S方式は試料を横から入れてX線を上から取り出す方式で、X線検出器をT/T方式よりも試料に近づけられるため感度が良い。また、X線取出し角も68度と高いので、X線の取出し方向に無関係に試料を傾斜させることができ、上記のユーセントリックゴニオステ

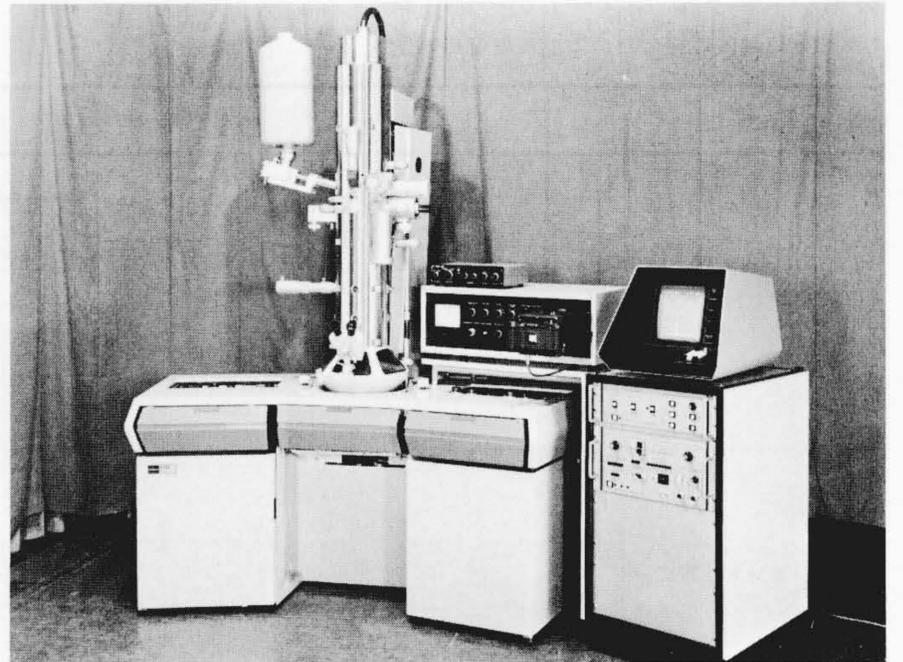


図9 ニュー トータル システム外観 T/S方式ニュー トータル システム(H-500Iユーセントリックゴニオステージ, HSE-2走査電子顕微鏡装置, X線微小部分分析装置)の外観を示す。

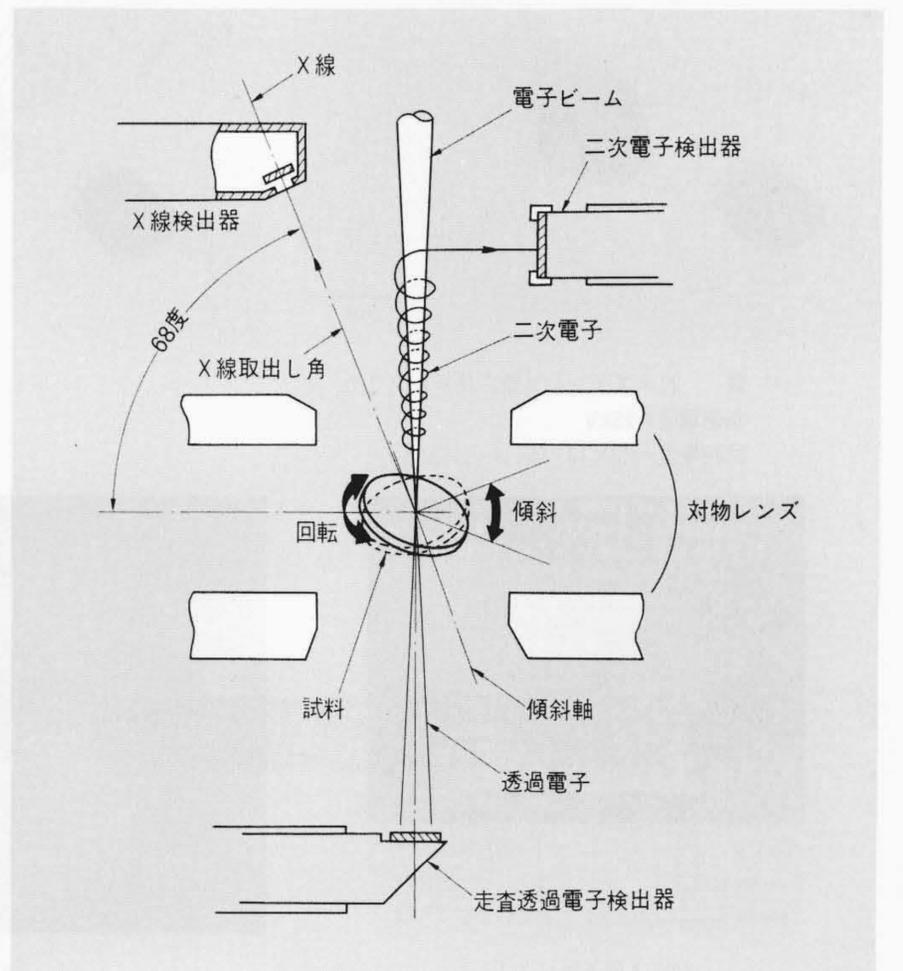


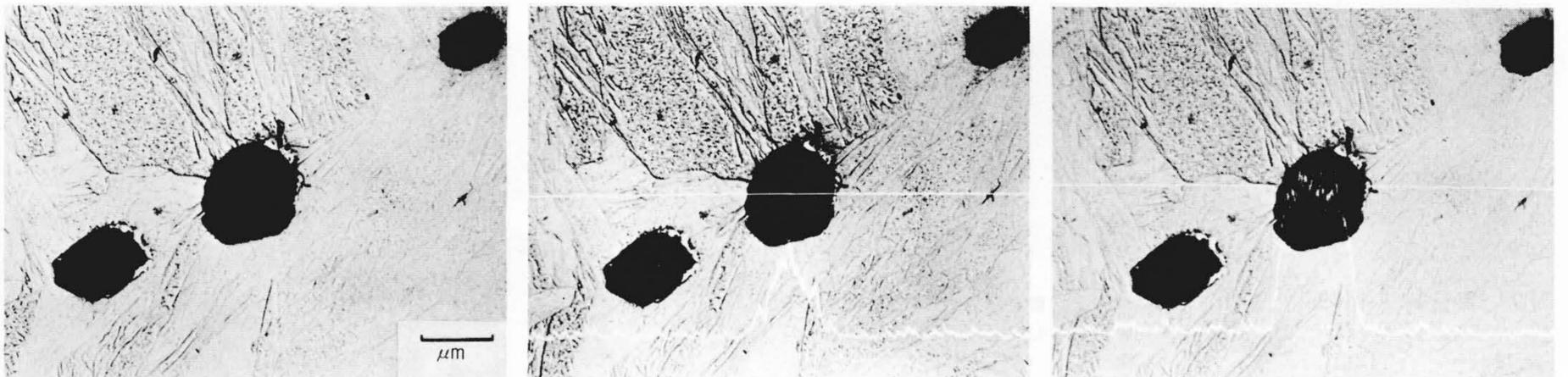
図10 トータル システム構成図 ニュー トータル システムにおける走査二次電子走査透過電子及びX線検出器の配置を示す。

ージを組み合わせれば金属その他結晶性試料の研究に理想的なトータルシステムと言える。また、S/S方式は試料を横から入れ、X線を横から取り出す方式で、取出し角は25度である。しかも従来、他社に見られるようなX線検出器と同一レベルに置いた試料をその方向に傾ける方式とは原理的に異なり、試料は水平である。このS/S方式は、最もX線検出器を試料に近づけられ、感度的には最良の方式である。

各の性能仕様を表1に示す。研究目的に応じて以上の方式を選択することができ、数百オングストローム以下の微小部分の分析装置として期待できる。図11に応用例を示す。

表1 トータルシステムの性能仕様 トップ エントリ方式, サイド エントリ方式と傾斜・走査像及びX線分析装置の組合せによる性能仕様を示す。

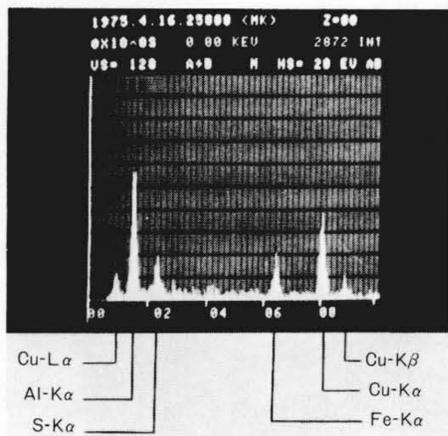
方式	装置	本体	傾斜装置	走査像観察装置	X線分析装置	備考
トップ エントリ方式		H-500		HSE-2	(非分散検出)	
		1.4Å				
		3.4Å	HK-6 ±35度 3.4Å	SEM 70Å STEM 30Å		SEM: 走査二次電子像 STEM: 走査透過電子像
		"	±10度 3.4Å	"		
サイド エントリ方式		ユーセントリック ゴニオステージ H-5001 ±60度 4.5Å				
		"	"	SEM 70Å STEM 30Å		
		±20度 4.5Å	"	"	X線取出し角 68度 検出器断面積 30mm <sup>2</sup>	T/S方式 トータルシステム 分析時, 試料水平
		"	"	"	X線取出し角 25度 検出器断面積 30mm <sup>2</sup>	S/S方式 トータルシステム 分析時, 試料水平



(a) 試料=ステンレス鋼の抽折レプリカ  
加速電圧=25kV  
試料電流=5×10<sup>-11</sup>A(メッシュ上)

(b) Fe-Kαライン分析

(c) Al-Kαライン分析



(d) X線スペクトル



(e) Fe-Kα X線像



(f) Al-Kα X線像

図11 X線微小分析の撮影例 ステンレス鋼の析出物のX線分析, 及び鉄(Fe), アルミニウム(Al)の線分析, X線像を示す。

## 7 結 言

以上, H-500形高性能電顕の新機能の主要点について述べた。性能的には理論的な限界に達しつつある高性能電顕の次の姿としてH-500形電顕を完成した。しかし, 高性能電顕といえども省力化の対象から除外されることは許されない。我々は, 装置の安定性, 信頼性に裏付けられた高性能・多機能, 特別な熟練を要せず日常研究から極めて高度の研究に至るまで単純な操作で使いこなせること, 更には運転状況が自動的に制御され特別な監視を要せず本来の使命である検鏡に集中できることなど, 操作性の向上を追求した高性能電顕として広い研究分野に役立つものと信じている。

本機は日立製作所中央研究所, 同日立研究所及び同那珂工場の共同研究を結集して完成されたもので, 完成までに多数各位の協力を得た。終わりに, 改めて謝意を表わす次第である。

## 参考文献

- (1) Scherzer, O, "J. Appl. phys." 20, 20 (Feb. 1949)
- (2) 赤堀ほか「HU-12形高性能電子顕鏡の諸特性」日立評論 53, 565 (昭46-6)
- (3) 小池「強励磁レンズを利用したSEM法の開発研究」日本電子顕微鏡学会会報 6, 87 (昭48-3)
- (4) Rolt Woldseth "X-ray Energy Spectrometry" (Mar. 1973)