HXA-1 形電子顕微鏡付属微小部 X 線分析装置

Type HXA-1 Electron Probe Microanalyzer Attachment of Electron Microscope

小	笹	進*	片	桐 信]	二郎**	
	Susuniu Ozasa	Shinjiro Katagiri				
藤	安 辰	雄***	中	野	守***	
Tatsuo Fujiyasu			Mamoru Nakano			

要

.

旨

電子顕微鏡に付属させて用いる微小部X線分析装置(略して E. P. M. A.)を完成した。ローランド円半径 120 mm のわん曲結晶を用いたX線分光器を電子顕微鏡の試料室部に装着して用いるもので,電子線加速電圧 50 kV,照射電子線径 2 µの条件で Ni, Cr, Ge, Ag, などの元素を 10⁻¹³g の微量まで検出可能である。分析可能な元素はK列X線で原子番号 13~40, L列X線を用いて 40~92 番までのほとんどの元素が分析可能である。この装置を用いた場合の電子顕微鏡の性能は,最高倍率 70,000 倍,分解能約 15 Å で分析を行なった同一個所を電子顕微鏡および制限視野電子回折で観察できる。この論文では装置の構造,性能および若干の応用例について述べる。

1. 緒 言

エレクトロンプローブマイクロアナライザ (Electron Probe Microanalyzer, 以下 EPMA と略す) は高速度に加速された電子 線を,電子レンズ系を用いて非常に細く集束して試料上に照射し, 試料の表面から放射される1次特性X線を分光し、その波長および 強度を測定することによって試料の微小部分を構成している成分元 素を分析するものである。この装置を使用すればミクロン程度の微 小領域の元素の分布状態を知ることができるので, 金属, 半導体, その他工業材料などの研究に利用されている。一方電子顕微鏡は, 同じく高速度の電子線を用いて物体の拡大像を得るもので、分解能 が光学顕微鏡に比べて約1,000倍程度良いことから,拡大装置とし て光学顕微鏡の領域を越えた微細構造の観察にはあらゆる分野にお いて用いられている。さらに電子顕微鏡の光学顕微鏡と異なる大き な特長は、使用している電子線の波長が物質を構成している原子の 間隔より小さく、電子回折の現象が利用できることで、制限視野電 子回折法によって,直径1ミクロン程度の試料の結晶構造を知るこ とができる。 同一試料について電子顕微鏡と EPMA を併用した場合^{(1)~(3)}, 試 料上の微小部分について,電子顕微鏡の拡大像により形態を,制限 視野電子回折により結晶構造を,また EPMA によって成分元素と 3種の情報が得られ、従来電子顕微鏡または EPMA 単独では得ら れなかった,あるいは間接的にしか知ることができなかったこれら の事がらを直接知ることができる。したがって金属、半導体、そ の他工業材料およびその加工法などに対して新しい研究手段を提供 するものと考えられる。われわれは今回 HU-11 形 (HU-11, HU-11A および HU-11B) 電子顕微鏡に付属させることによってEPMA を構成し, 試料の電子顕微鏡像および制限視野電子回折像を観察す ると同時に同一個所の元素分析が行なえる装置, HXA-1 形を完成 したのでその構造、性能およびこの装置を用いて得られた応用例に ついて詳しく説明する。

ものである。したがってこの装置を付加することによって電子顕微 鏡本来の性能が大きく低下したのでは意味がない。このためには分 析装置を取り付けるために電子顕微鏡の使用条件を変えることはさ けなければならない。この装置は付属装置であるために,電子顕微 鏡を最高性能で使用する場合,または他の試料加熱,傾斜などの付 属装置を使用する場合には取りはずす必要がある。したがって装置 としては,取付け,取はずしが容易で,それによって性能が変化し ないことが要求される。"HXA-1"は上記のような考えのもとに設 計されたもので,装置の電子顕微鏡鏡体に装着する部分は,機構を 可能な限り簡単かつ小形とし,電子顕微鏡の使用条件の変更を最小 限度にとどめて,電子顕微鏡性能の維持と取扱いおよび操作の容易 なことを主眼とした。

2.1 装置の構造

EPMAを構成するために必要な要素を機能的に大別すると、次の5項目になる。

- (1) 高速電子線源
- (2) 集束電子レンズ系
- (3) 試料ステージおよび試料交換機構
- (4) 試料観察系
- (5) X線分光検出系

----- 23 -----

電子顕微鏡には(5)項以外の機能要素はすべて備わっているか ら、これをそのまま利用できる。すなわち(1)項については、電子 顕微鏡の電子銃および高圧電源をそのまま使用する。EPMAの場 合電子線の加速電圧は、測定しようとする元素の最低励起電圧(特 性X線を発生させるための最低の電子線加速電圧)の3~4倍にす るのが適当であるといわれている。したがって通常のEPMAは、加 速電圧が20~50kV程度の範囲に可変できるようになっているのが 普通である。電子顕微鏡の加速電圧は、分解能、像のコントラスト などによって定められるもので、HU-11形の場合 50,75 および100 kV の3段である。したがってこの装置を用いEPMAとして使用す る場合には、50 kV の加速電圧を使用する。

EPMA のエレクトロンプローブ, すなわち試料を照射する電子線 束は, できるだけ細くかつ密度の高いものが望ましい。したがって 通常の EPMA では, 2段縮小電子レンズ系を用い第2集束レンズ を収差の小さい短焦点で使用して, 電子線径数分の1ミクロン, 密 度 5~10 A/cm² 程度を得ている。電子顕微鏡の場合も2段電子レン ズ系を用いているが, 試料位置の上方に試料交換のためにスペース を取る必要性から第2集束レンズを長焦点で使用しているために,

2. 構造および性能

この装置の対象とする試料は、金属薄膜、微粒体、金属内析出物 または介在分の抽出レプリカなどの透過電子顕微鏡観察が行なえる

* 日立製作所中央研究所
** 日立製作所中央研究所 工博
***日立製作所那珂工場

826

昭和41年7月

E 17.

論 評

第48卷第7号



3種の動作に対するレイダイヤグラム $\times 1$



図5 HXA用 試料ホルダ



図4 対物レンズおよび試料ステージ



図2 X線分光器部の概略断面図



図3 HU-11B形電顕にX線分光器を装着した状態

出系と若干の付帯物のみである。図1はこの装置を用いて得られる 3種の情報に対応するレイダイヤグラムを示すもので、(a)は電子 顕微鏡像の観察, (b)は制限視野電子回折, (c)は EPMA の場合 を示す。(c)に点線で示すように EPMA と 電子 顕微鏡像の観察を 同時に行なうことができる。

このHXA-1は大別して、X線分光器部と電子回路部の2部分よ りなり、X線分光器部を電子顕微鏡の試料室部に装着し、電子回路 部とケーブルで接続して使用する。図2はX線分光器部の概略構成 を示す断面図で,X線分光器とその駆動および調節機構,散乱電子線 を防ぐための遮へい板、ケーブル端子などを取り付けた専用試料室 から構成されている。試料ステージおよび試料交換機構はHU-11B 形電顕の標準のものをそのまま用いるが、試料台および試料保持器 は、X線通路を設けた専門のものである。

図3はHU-11B形電子顕微鏡にHXA装置を取り付けた状態を, 図4は対物レンズボールピースおよび試料ステージを示す。試料ス テージの一部はX線通路を作るため、図に示すようにきり欠きがあ る。図5は試料ホルダを示す。

2.2 電子顕微鏡性能

----- 24 -----

この装置を付属させた場合,対物レンズボールピースを特殊なも のと交換するために電子顕微鏡としての性能は、標準状態に比べ若 干低下する。この性能の変化は、対物レンズポールピースが異なった ことによる影響のみであるから、この装置を装着したままでも標準 のポールピースを使用し、試料保持器を交換すれば標準の性能を得 ることができる(ただしこの場合は EPMAとしては使用できない)。 HU-11B形電顕に HXA-1 を付属した場合の電子顕微鏡の性能は 下記のとおりである。

加速電圧 50, 75, 100 kV 照射系 ダブルコンデンサ 対物レンズ焦点距離 $5\,\mathrm{mm}$ 400~70,000 倍 倍率(直接) 約15 Å 分 解 能 試 料 寸 法 $3\phi \pm t t \frac{1}{8}$ in 視野面積 約1.50 制限視野回折カメラ長 100~2,000 mm

密度は 0.3~0.5 A/cm² 程度が限度である。電子線径は通常のヘヤピ ン形陰極を用いた場合2µ,ポイントカソードを使用して0.5µ程度 が得られる。この装置の対象とする試料は、電子顕微鏡試料である から(3)項の試料ステージおよび(4)項の像観察系には電子顕微鏡 そのものを用いることができる。 EPMAを構成するために付属させるものは、(5)項のX線分光検 HXA-1 形 電 子 顕 微 鏡 付 属 微 小 部 X 線 分 析 装 置



827

X線分光器の駆動機構 図7

分解能指数 5×10^{-5} 制限視野面積 約 $2 \mu \phi$ 2.3 X 線 分 光 器

X線分光器は、試料より放射する特性X線を検出するもので、 EPMA の主体となる部分である。X線の波長を測定する方法には、 エネルギー比例性を有する検出器,たとえばシンチレーションカウ ンタ、プロポーショナルカウンタなどに直接試料から放射されたX 線を入射して,出力のパルス波高値を電気的に測定する非分散分光 法と,回折格子,単結晶などの分散子を用いた分散分光の2種の方 法がある。前者の非分散分光法は,機械的な移動機構が不必要で, 試料の近くには検出器のみがあればよいので, このような付属装置 に使用するには非常に有利な方法であるが,波長分解能が20~30% と分散子法に比べて2けた近く悪いために,原子番号の近接した元 素を区別できない欠点を有している。この装置に用いたX線分光器 は分散子を用いたもので、 ローランド円半径 120 mm の集中法回転 形である。

X線分光器の構造は図6に示すように、同一回転軸を有する2本 のアームの先端部にそれぞれ分光結晶,カウンタが取り付けられ,半 径120mmの円周(ローランド円)上を移動する。この移動はウオ ーム歯車を介して真空外より行なわれる。移動の範囲は結晶が20~ 80 度(図の角度 α), カウンタが 40~160 度(図の角度 β)で常に β= 2αの条件を満足するように結晶の2倍の速度で回転する。回転 は手動および自動で,自動の場合 1°/min および 0.25°/min (いずれ

なければならない。このために結晶の傾き、カウンタの位置、およ びローランド円中心の位置がそれぞれ調整できる機構を設けてあ る。これらはいずれも真空外から調整可能である。図7に駆動機構 を示す。結晶の回転角(α)の指示,結晶の傾きの調整ネジ (CRY, ADJ で示す), カウンタの位置調節ネジ(DET, DS で示す)などが見 られる。なお結晶の回転速度は上記の2段階のほか駆動モータを交 換することによって、さらに遅くすることができる。

試料面に対するX線の取出角度は33度に設定されており、X線分 光器全体は長波長X線の減衰を防ぐために、電子顕微鏡鏡体と同じ 真空中に納められている。分散子にはわん曲させた雲母の単結晶を 用いている。これは格子面間隔が比較的大きく (9.975 A) 長波長の X線、すなわち原子番号の小さい元素が分析できること、高次反射 の強度が強いために短い波長のX線まで1個の結晶で分光が可能な ためで,結晶を交換することなく多くの元素を分析することができ る。図8は銅の特性X線を分光した例を示すもので、3次および5 次の反射強度が特に強い。

結晶により分光されるX線の波長 λ は、 $n\lambda = 2d \sin \theta$ で表わされ る。ここでnは反射次数, dは結晶の面間隔, θ は結晶面とX線と の角度、すなわち回折角である。この装置の分光器の可動範囲は θ の値で、10~40度である(通常は結晶の回転角度=2θで表示され る。この装置の指示目盛も2θの値をとっている)。したがって分光 できるX線の波長範囲は、 n=1 で約 3.5~12.8 A, n=3 で 1.17~4.25 Å, n=5 で 0.7~2.56 Å であり, 0.7~12.8 Å の範囲は n が 1, 3 およ び5のいずれの反射を用いても分光可能である。図9に波長11.9 Å のNaの特性X線を分光した例を示す。 分光結晶により分光されたX線の検出には、 ガスフローカウンタ

828

昭和41年7月

立 日

評 論

第48卷第7号





波高分析器およびカウンティングレートメータ 図 13

を用いている。このカウンタの検出強度とX線波長との関係を図10 に示す。波長の長いX線に対する検出効率は、X線取入窓の膜によ る吸収で制限される。このカウンタの窓膜には、薄いポリエステル フィルムを用いている。短い波長のX線の効率は、カウンタガスの 種類およびカウンタの長さによって定められる。図10は PR ガス (アルゴンにメタンを10%混合したもの)を使用した場合のもので, 4A付近で効率が変化しているのは、アルゴンの吸収端によるもの である。図11はガスフローカウンタのパルス波高値と、入射X線 の関係である。



2.4 電子回路部

カウンタで検出されたX線の信号は、電子回路部で増幅され、必 要な信号のみを選別し、X線強度(X線光量子数)に応じた電流に 変換されて、指示および記録される。各回路は前置増幅器の初段に ニュービスタを用いているほかは、すべてトランジスタ化されてい る。図12は電子回路部のブロックダイヤグラムで、図の点線で囲ま れた部分はそれぞれユニット化され, さらに前置増幅器を除く四つ のユニットが(図12の鎖線内)図13に示すように、一つのケース内 に納められている。各ユニットの仕様は次のとおりである。

(1) 低雜音前置增幅器 (R407) 入 力 負電荷パルス 出 正電圧パルス 力 ゲイン切換 ×1, ×3の2段 $0.005 \,\mu V/イオンペア$ ゲイ 1 雜 入力容量 50 pF のとき 価入力電荷で 6.4× 音 10⁻⁶ クーロン (4,000 イオンペアに相当)

以下

(2) 高圧電源, 増幅器ユニット (R405A) 增幅器入力 正電圧パルス 增幅器出力 正電流パルス 0~10 mA ゲイン調整 粗調整 ×1, ×2, ×4, ×8, ×16, ×32 の6段

図15 検出限界量の測定値蒸着膜試料使用 限界検出強度 10 cps として算出

表1 各元素の検出感度

元素名	原子番号	特性X線	波長 (Å)	検出強度 (sps)	反射次数			
Mg	12	Kα	9.89	480	1			
Al	13	Kα	8.34	1,300	1			
Si	14	$K \alpha$	7.13	2,200	1			
Ti	22	$K \alpha$	2.75	7,200	3			
Mn	25	$K \alpha$	2.10	9,800	3			
Mn	25	$K \alpha$	2.10	4,200	5			
Ca	29	$K \alpha$	1.54	8,800	3			
Ca	29	$K \alpha$	1.54	5,000	5			
Ge	32	$K \alpha$	1.25	5, 300	3			
Ge	32	$K \alpha$	1.25	4,200	5			
Mo	42	$K \alpha$	0.71	1,000	5			
Mo	42	$L\alpha_1$	5.41	1,300	1			
Ag	47	$L \alpha_1$	4.15	1,800	1			
Pt	78	$L\alpha_1$	1.28	3,000	3			
Pt	78	$L\alpha_1$	1.28	2,000	5			
Pb	82	$L\alpha_1$	1.17	1,800	5			
加速電圧: 50 k V スポット径: 12 μφ 照射電流: 1×10 ⁻⁸ A								
出	出 力 正電圧パルス 5V							
チャンネル幅 0~10%, 0~100%の2段で谷間を10回転 ヘリポットにて任意設定								
ベースライン走査								
手 動: 10回転ヘリポットで 0~100%間任意								
設定								
自動: 手動による設定値から0まで自動掃引								
掃引時間: 0~100%間を5,10,20分の3段								
• • • • • • • • • • • • • • • • • • •	a check where and	107 828 91-60	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·					

微調整 0.5~1 で上記ノッチ間連続可変 最大出力の±0.5%以下 積分直線性 $1,000 \sim 2,000 \text{ V}$ 100 μA 高圧出力電圧 高電圧調整 10回転ヘリポットにて電圧直 高電圧安定度 ±0.01%以下 (3) 波高分析器ユニット (R408) 入 力 正電流パルス 0~10 mA

掃 引 直 線 性: ±0.5% 以下 (4) 計数率計ユニット (R409) 正電圧パルス5V 力 入 出 0~-5V および 0~-10 mV (記録計用) 力 測定レンジ 直線目盛でフルスケール20,50,100,200, 500, 1k, 2k, 5k, 10k, 20k, 50kcps の11段 対数目盛で1~10⁵ cps

HXA-1 形 電 子 顕 微 鏡 付 属 微 小 部 X 線 分 析 装 置



Niの検出 (NiKa³λ=1.6578 Å) 試料は Ni 蒸着膜 図 16 Ni 蒸着膜 (厚さ 50 Å) によるX線のプロフィル





図19 洋銀のX線分析例

測定した例を図14に示す。この実験ではコロジオン支持膜上に種 々の厚みに蒸着した Cr および Al を試料として用いるので,図の範 囲では検出強度は試料の厚みに比例している。

同様の方法で種々の元素について測定を行ない,図表上で検出強度が10 cps になる厚みを算定したものを図15 に示す。図の縦軸は算出した厚みと元素の密度より,重量に換算したものである。図16 は 50 Å 厚みの Ni 蒸着膜によるX線強度である。ニッケルの場合最小検出厚さは 30 Å であった。また図17 は Al 蒸着膜の1,000 Å および 200 Å の場合である。通常の使用条件では、2~5 cps のバックグラウンドノイズが存在するから、図15 に示す値はおよそ検出可能な最小限度の量を示すものと考えられる。



Alの検出(AlKa') 試料 Al は蒸着膜 図 17 Al 蒸着膜によるX線プロフィル





波長分解能測定 例1 波長分検能測定 例2

図18 X線分光器の波長分解能

統計誤差 1,2,4,8%の4段(直線目盛の場合のみ) ドリフト ±1%/h以下(各レンジフルスケールに対 して)

2.5 検出感度および検出限界量

電子顕微鏡の試料は厚さが数百〜数千オングストロームの非常に 薄いものである。加速電圧 50kV の電子線は,たとえばアルミの場 合だと約5µの厚さを透過する能力をもっている。したがって同一 電子線量を照射してもブロック試料の場合に比べて,電顕試料のX 線発生の割合は 10%以下である。したがって発生したX線を効率 よく検出することができる。 この装置のブロック試料に対する検出感度は表1に示すとおりで ある。これは加速電圧 50 kV,照射電子線約2µ,照射電流 1×10⁻⁸ Ampの条件で得られたもので,試料は電子線が透過しない程度に厚 いものである。 試料が薄い場合は前に述べたように,電子線が試料を透過するた めにX線の発生強度が小さくなる。試料の厚みと検出強度の関係を

2.6 波長分解能

この装置は構造を簡単にして取扱調整を容易にするために,X線 集中点に狭いスリットを設けず,カウンタのX線取入窓を直接集中 点に置く構造となっている。したがって波長分解能は分光結晶のみ により定められる。図18は銅の $K\alpha_1$,および $K\alpha_2$ を分光した例を 示すもので,5次 $K\alpha$ X線の場合で0.02Åの分解能を,また8次 $K\alpha$ の場合で,0.015Åの分解能を示している。原子番号が1番違いの 元素の特性X線の波長は, $K\alpha$ では5~10%, $L\alpha$ では2~6%の差 を有している。これは最も条件の悪い場合でも0.08Åに相当するか ら,本装置では各元素を明瞭に区別することができる。

3. 応 用 例

3.1 薄膜試料

薄膜試料の場合,前に述べたように単元素あたり数十オングスト ロームの厚さがあれば検出することができる。電子顕微鏡で透過観 察を行なう試料は,厚さが数百ないし数千オングストロームである から,含有量が数%以上のものは検出可能である。この場合厚い試 料のほうが容易に検出できるから,できるだけ厚い所を選んだほう がよい(ただしあまり厚いものは,電子顕微鏡像の観察ができなく なるから限度がある)。

図 19 は洋銀(Ni, Cu, Zn, 合金)を電解研摩により, 薄膜試料と したものを分析した結果で, 電子顕微鏡像は 100 kV, EPMA は 50 kV(以下の応用例はすべて電子顕微鏡像および電子回折は 100 kV, EPMA は 50 kV の加速電圧を用いている。)の加速電圧で得られた

もので、電子顕微鏡像に示す円内が分析位置である。 図 20 はモリブデナイト (MoS₂)の単結晶をへき開により薄膜とした試料の測定結果である。これは分析すべき波長が、非常に近接している場合の例を示すもので、硫黄の $K\alpha_1$ の波長は 5.372 Å、モリブデンの $L\alpha_1$ の波長は 5.406 Å でその差は 0.034 Å であり、明瞭に分離されている。

---- 27 -----



図20 2硫化モリブデン結晶のX線分析例



図23 スモッグダストのX線分析例(2)





図21 チタンカーバイトX線分析例



図22 スモッグダストのX線分析例(1)

3.2 粒体試料

試料が微粒体の場合には1個の試料に照射される電子線の量は、 プローブの全電流に無関係で、試料の大きさとプローブの電流密度 によって定まる。1個の粒子を検出するためには、その重量が図15 に示す値より大きいことが必要である。たとえばNiの場合、粒子 の大きさが約0.2 µ より大きいことが必要で、これより小さい粒子 はエレクトロンプローブの範囲内に数個の粒子を入れて、全量で 1×10⁻¹³ g 以上になるようにしなければならない。図21 はチタンカ ーバイト (TiC)の粉末を測定した例を示すもので、この程度の大き さがあれば当然1個の粒子で分析可能である。 図22 は東京の上空 500 m の所で、飛行機により採集したスモッ グの核になるダストを観察したもので、電子顕微鏡像に見られる比 較的形のととのった半透明の粒子は EPMA で分析可能で、形態か 図24 鉄鋼中の析出物のX線分析例(1)

らカーボン粒子と推定される。 円内の不透明な粒子は EPMA で鉄 が検出され,電子回折像とあわせて酸化鉄であることが明らかとな った。図23は同じ試料中にあった不定形の大きい粒子を分析した もので,Siが検出されたことから砂塵(さじん)と考えられる。以上 のように形態による試料の選別が容易である点に本装置の大きな特 長がある。

3.3 抽出レプリカ試料

金属内析出物または非金属介在物の観察には、抽出レプリカによ る方法が用いられている。しかしこれらの析出物または介在物は、 一般に単純な物質であることは少なく、多くの元素を含んだ複雑な 化合物であることが多いために、制限視野電子回折のみで物質を推 定することは、困難な場合が多い。たとえば、図24および図25に 示すものは、いずれもクローム鋼中の析出物を抽出した試料で、い ずれも鉄およびクロームが検出されることから、鉄とクロームの混 合した炭化物と考えられる。制限視野電子回折では、この両者の区 別をつけることはほとんど不可能であるが、EPMAによれば図24 のものはクローム分が多く、図25のものは鉄分の多いことが明瞭に 区別できる。図26に示すものは同じく炭素鋼の抽出レプリカ試料 中に発見されたもので、鉄およびカルシウムが検出され、電子回折 とあわせてカルシウムフェライトの一種と推定される。

3.4 切片試料

図27は馬の歯の象牙質の切片試料を観察したもので、ダイヤモン ドナイフを用いた超ミクロメームにより、厚さ約2,000Åに切断し たものである。電子顕微鏡像で白く抜けた所は歯細管といわれる部 分で、その周囲の濃度の高い部分(A)と他の部分(B)についての分 析結果を、X線チャートのA、Bに示す。図28はX線分光器の角度 をカルシウムおよび燐の波長に固定して試料を(A)より(B)まで移 HXA-1 形 電 子 顕 微 鏡 付 属 微 小 部 X 線 分 析 装 置



図25 鉄鋼中の析出物のX線分析例(2)

図27 馬の歯牙切片のX線分析例

図26 鉄鋼中の介在物のX線分析例

動した場合のX線強度の変化を示すものである。カルシウムと燐の 強度比はいずれもほとんど同じで、強度のみがいずれも約半分となっていることから、両部(A)、(B)の組成はほとんど変化なく燐酸 カルシウムの濃度のみが、管周部分と他の部分で約2倍異なってい ることがわかる。

4. 結 言

新しく完成した電子顕微鏡付属微小部X線分析装置の構造,性能 および応用例について述べた。取扱,調整の容易なこと,および電 子顕微鏡性能を低下させないことに重点をおいて開発した。試料を 高分解能の電子顕微鏡で観察できるため,従来のEPMAでは困難 であった1µ以下の微粒子や微細な構造の差を有する粒子,薄膜な どの成分分析が可能となった。またエレクトロンプローブを直接観

図28 馬の歯牙切片のX線強度分布

察するために,所望の位置に正確に電子線を照射することができ, 同時に制限視野電子回折により結晶構造を知ることができる。これ は本装置の大きな特長である。

本報告を終わるに当たり,指導ならびに討論していただいた日立 製作所中央研究所木村博一,渡辺宏両博士,および試料を提供して いただいた東京歯科医大田熊助教授,および日立製作所日立研究所 小倉氏に深謝する次第である。

参考文献

- (1) Duncumb P: Proceeding of Forth Int. Confe. Electron Microscopy. Perlin, p. 267 (1958)
- (2) Duncumb P: Proceeding of Fifth. Int. Confe. Electron Microscopy, Philadelphia. KK4 (1962)
- (3) Rixon. W. C. et al: Proceeding of 3rd. Int. Symposium on X-ray Optics and X-ray Microanalysis. Stanford, p. 441 (1962)

