

# 日立普及形電子顕微鏡 HS-8 形の試作

Trial Manufacture of Standard Electron Microscope Model HS-8

赤堀 宏\* 小野寺 進\*\*  
Hiroshi Akahori Susumu Onodera  
西脇 耕治\*\* 米田 国治\*\*  
Kôji Nishiwaki Kuniharu Yoneda

## 要 旨

普及形電子顕微鏡の目的とする簡易操作を中心にして、HS-8形を試作した。鏡体はHS-7S形を基本にし、これに電磁ステグマトール、電磁軸調整を採り入れた。操作盤は主要操作部分のみを卓上に出し、補助的操作部は調整後、手を触れぬよう架台内に収納するようにした。倍率を直読式にするとともに自動露出計を内蔵させ、写真乾板送りをモータ駆動式にして撮影操作を簡易にした。

高圧発生装置を高周波入力、CW (Cockcroft Walton) 回路による昇圧整流方式とし、加速電圧を25 kV、50 kVの2段切換にした。倍率可変範囲は1,000倍から100,000倍、分解能は結晶格子で5.6 Åが確認された。

## 1. 緒 言

普及形電子顕微鏡（以下電顕と略す）の目標は操作が簡単で特別な訓練を必要としないこと、価格が低廉であることにあり、応用分野の発展は、性能についてもさらに向上を要求している。

性能向上といっても熟練者が高性能電顕を使ってのみ得られる高分解能写真ということではなく、日常の使用において常に一様な性能が保持されることと、一般試料に対して十分な解像度が得られるということである。そのためにはむずかしい操作や保守を必要とせず、最近の日常生活で取得できる程度の技術で使いこなせるということがたいせつである。HS-8形の設計に当たってはこの点に重点をおいた。鏡体としてはHS-7S形で実績のある永久磁石と電磁石の組合せ励磁による磁界形電子レンズを主体とし、これに操作の簡便化を図って第2コンデンサに電磁偏向コイルによる軸調整を加え、対物レンズステグマトールに高性能形と同じ電磁方式を採用した。HS-7S形では露出計を付属装置的取扱いをしていたが、HS-8形にはこれを常装備とし、自動シャッタを組み入れた。倍率計は、従来中間レンズの励磁電流に対する倍率の更正曲線から読み取っていたが、HS-8形では倍率変換を低倍率10段、高倍率10段の20段ステップとし、各ステップの倍率を数値で表示して直接、倍率を読み取れるようにした。写真撮影の際の写真フィルム送りをモータ駆動にしてボタン操作にした。電源関係では加速電圧としての高圧発生装置は高周波駆動、CW回路により25 kV、50 kVを発生させ、試料に応じて随時切換えて使用できるようにした。25 kVは主として超薄切片観察用であるが、付属装置としての微小部X線分析装置(HXA-1)のS/N比向上にも効果がある。図1はHS-8形電子顕微鏡である。

## 2. HS-8形電顕の構成と各部の諸特性

### 2.1 鏡 体

HS-8形の構成は鏡体、真空排気装置、電源、操作盤に大別できる。

#### 2.1.1 照 射 系

鏡体はHS-7S形と同じレンズ系統からなっている。永久磁石励磁の第1コンデンサレンズとコイル励磁による第2コンデンサレンズよりなるダブルコンデンサを照射系とし、試料室はHU-11DS形の付属装置がそのまま取り付けられるようになっている。

\* 日立製作所那珂工場 工学博士

\*\* 日立製作所那珂工場

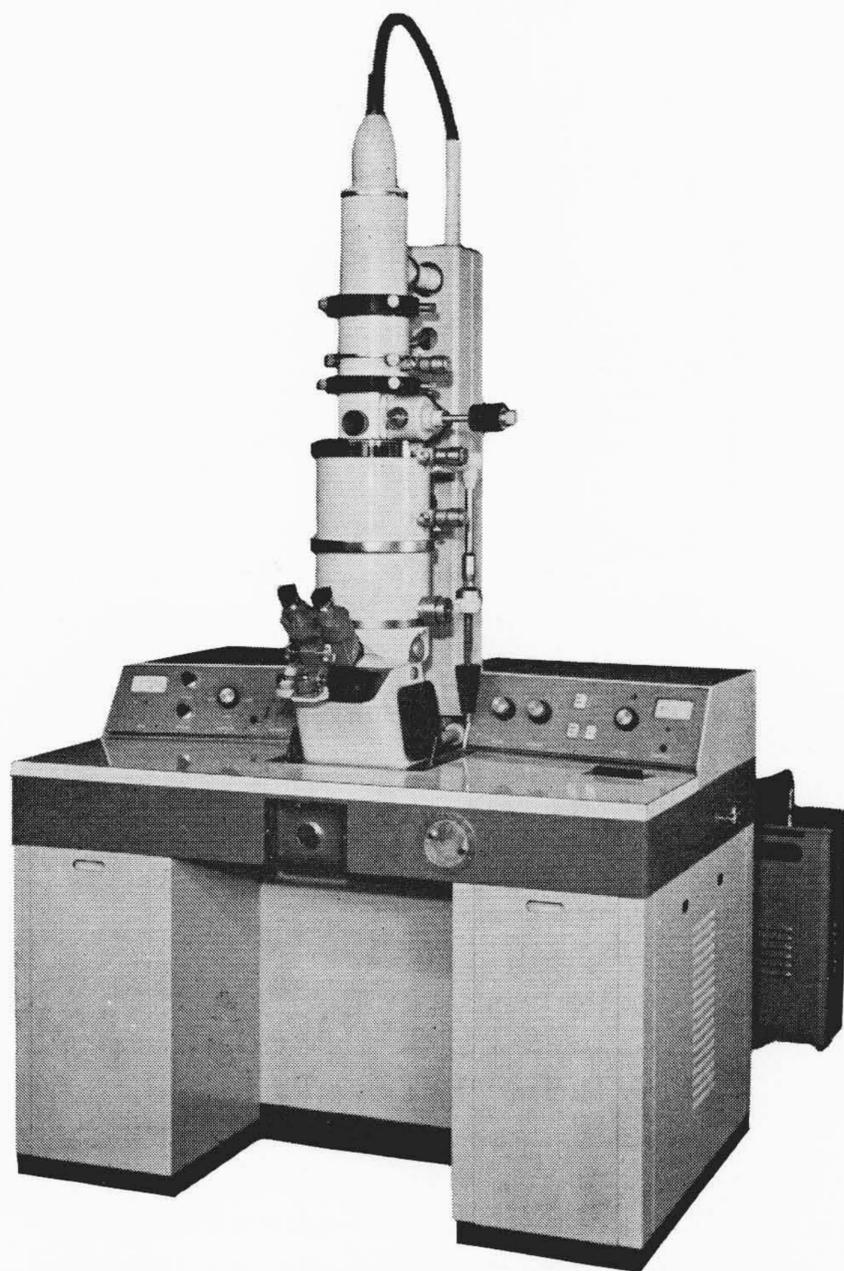


図1 HS-8形電子顕微鏡

電子銃は図2に示すようにフリップトップ開閉であるからフィラメントの交換が容易である。電子銃部の水平、および照射系全体の傾斜と水平を機械的に調整し、さらに第2コンデンサレンズの下部に電磁偏向コイルを付加して電顕像観察中の電子線スポットの移動を操作盤上で追跡できるようにした。

第1コンデンサレンズは3磁極レンズを永久磁石で励磁し、焦点距離( $f_c$ )10 mmを得ている。したがって第1コンデンサの作るクロスオーバースポットは約 $5 \mu\phi$ となり、これが二次的電子源(光源)となって第2コンデンサで試料上に照射される。第2コンデ

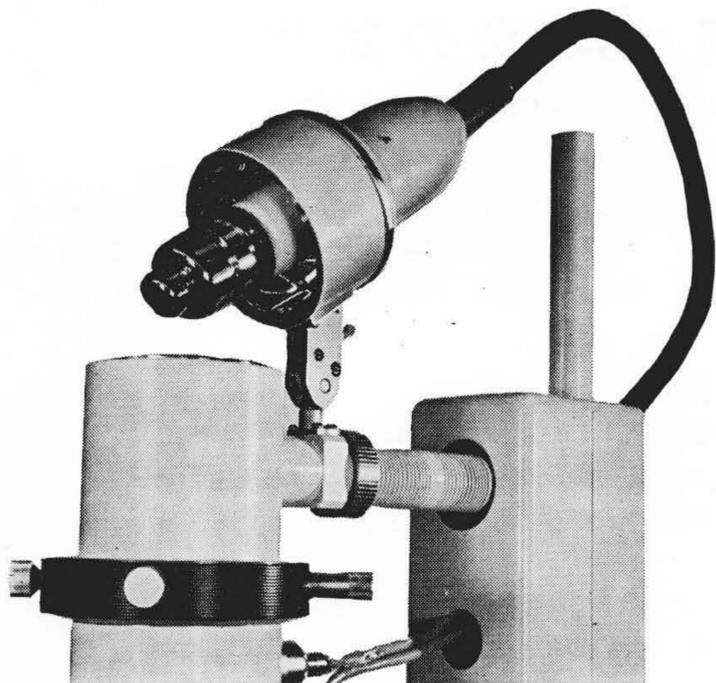


図 2 電子銃部を開いた状態

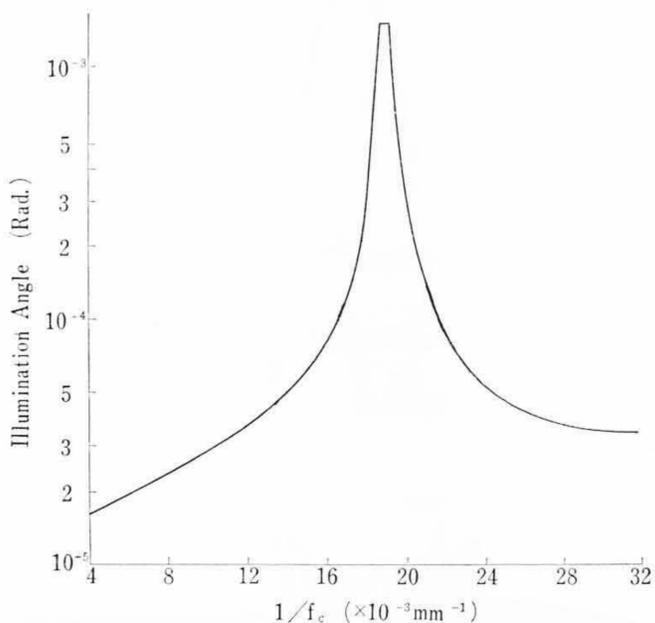


図 3 コンデンサレンズ焦点距離と照射角の関係

ンサレンズの焦点距離と照射角の関係は

$$\alpha_c = \frac{r_c}{\left| \frac{u_c v_c}{f_c} - (u_c + v_c) \right|}$$

- ここに、 $\alpha_c$ : 照 射 角
- $r_c$ : クロスオーバーポイント半径
- $f_c$ : 第 2 コンデンサレンズ焦点距離
- $u_c$ : クロスオーバーポイントからコンデンサレンズまでの距離
- $v_c$ : コンデンサレンズから試料までの距離

で計算できる。本装置の場合はグラフ(図 3)のようになる。

電子銃を含めた照射系の軸調整はまず機械的に行ない、実際に当たって像観察中のビームスポットの動きは電磁コイルで追うようになっている。この電磁偏向コイルは 1 度までビームを曲げることができるので、機械的水平移動と併用して暗視野像の観察もできる。この照射系は機械的に 1.5 度まで傾斜できるから両方併用すれば 2.5 度までのビーム傾斜が可能ということになる。

### 2.1.2 形 像 系

形像系は対物、中間、投射の三段拡大レンズ系である。図 4 に断面図を示す。対物レンズにおいては 80% を永久磁石励磁とし、残り 20% をコイルで励磁して焦点合わせに利用する方法をとっている。励磁電流としてトランジスタ回路を採用し、マグネチッ

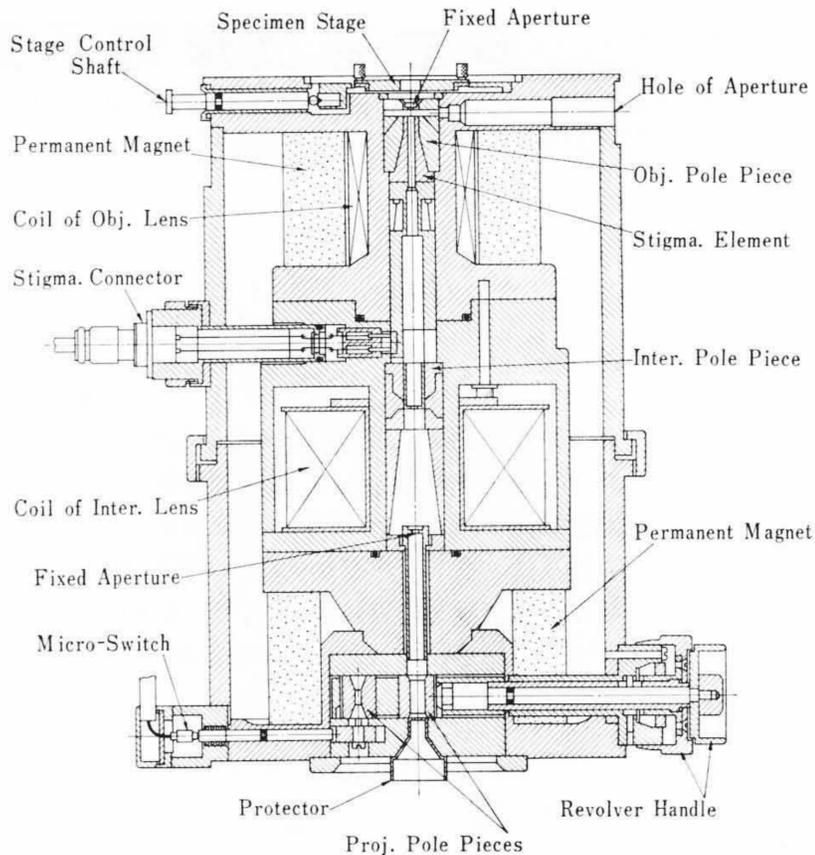


図 4 形 像 系 断 面 図

クスタライザとの併用で  $5 \times 10^{-5}/\text{min}$  の安定度を得ている。この電流による励磁は全励磁の 20% であるから、対物レンズの安定度は  $1 \times 10^{-5}/\text{min}$  に相当する。対物レンズの励磁電流変換は四つの段階に分けられていて、それぞれの段は固定抵抗をスイッチで切り換える完全ステップ変換方式になっている。最微調の 1 ステップは全励磁の  $1 \times 10^{-5}$  に当たり、焦点変化になおすと  $500 \text{ \AA}$  になる。この焦点変化の割合は高倍率の場合と低倍率の場合によって異なり、中間の倍率の場所では 1 ステップが  $750 \text{ \AA}$  となり、さらに低倍率では  $1,000 \text{ \AA}$  となる。これは低倍率では焦点深度が深くなるので細かい焦点変化は必要ないことを考慮したものである。

対物レンズには電磁スチグマツールを採用し、非点補正の簡易化を図った。図 5 にスチグマツールピースを示す。このスチグマツールは図 6 (a) のように二つの長方形コイルを組み合わせたもので、長辺を電子線の進行方向と一致させその長辺の作る磁界が円筒レンズを形成するように配置したものである。図 6 (b) は長方形コイルの作る磁界を模式的に示したものである。電流を a から入れ a' から出るように流すと長辺の作る磁界は点線のようになるから電子線に対する磁界は矢印のように、X 軸では中心に向かい Y 軸では外方に向くことになる。もう一方の長方形コイルをこれと 45 度ずらして組み合わせると、電子線に対する磁界の向きと大きさは二つのコイルの作る磁場のベクトル和になる。

それゆえ二つのコイルに図 6 (c) のように 90 度位相の異なる電流を流してやると、磁界の方向は電子線を中心にしてぐるぐる回ることになり、磁界の強さはコイルに流れる電流の強さに比例する。したがって電流の強さをレンズの非点の大きさに合わせ、方向を非点の方向と直角に合わせれば非点補正が行なわれる。本装置では方向を 60 等分したノッチ式にしてあるので、写真の上で量的に方向を定めることができるからきわめて精度よく非点補正が行なわれる。

対物レンズは主として永久磁石で励磁されているため、加速電圧を変換した場合はレンズの焦点位置に合わせた試料ホルダに交換しなければならない。標準レンズを使用したときの 25 kV と 50 kV に対する焦点距離( $f_o$ )、球面収差( $C_s$ )、色収差( $C_c$ )は表 1 のようになる。

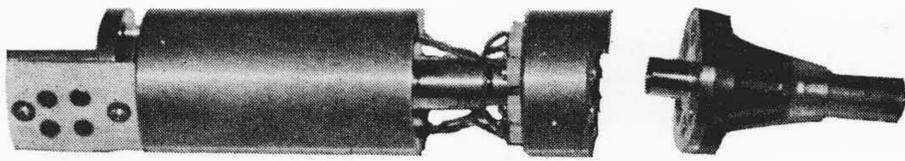


図5 スチグマトルピースと電気接点

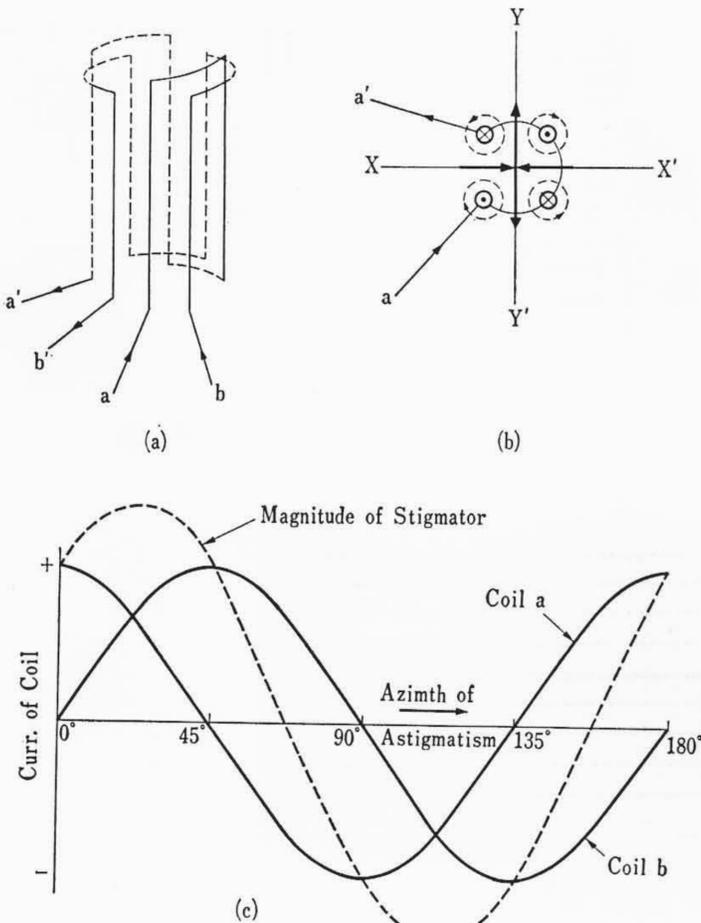


図6 スチグマトルの原理

中間レンズは倍率を大幅に変換する目的に合わせ全励磁をコイルで行なっている。電流スタビライザは対物レンズと同じ回路を利用し、 $5 \times 10^{-5}/\text{min}$  の安定度を得ている。中間レンズの電流は10段ステップに分割され、それぞれのステップに対応する倍率をダイヤルに記入して読み取るようにしてある。

中間レンズの上には制限視野絞りを設置し、制限視野電子回折を観察できるようにしてある。この視野絞りは直径  $50\mu$ ,  $150\mu$ ,  $250\mu$ ,  $500\mu$  の四つの穴がクリックストップ式に交換できるもので、一般の拡大像観察に使用すれば電子線通路壁での反射電子を遮断するのでコントラスト増加に役立つ。

制限視野電子回折の制限半径は対物レンズの球面収差( $C_s$ )と電子線波長( $\lambda$ )によって決まり、HS-8 形の場合は  $C_s=3.8\text{ mm}$ ,  $\lambda=0.054\text{ \AA}$  (50 kV) であるから回折斑点に対応する網平面の間隔  $d$  を  $0.8\text{ \AA}$  までとると回り込み半径( $R$ )は

$$R = C_s \left( \frac{\lambda}{d} \right)^3 = 1.2 \times 10^{-3} \text{ mm}$$

となり、約  $1\mu$  が制限視野回折の限界となる。

投射レンズは永久磁石励磁である。高倍率用と低倍率用の2個のポールピースをターゲットにより交換して倍率範囲を拡大している。投射レンズの単独倍率は50 kVにおいて低倍率ポールピースが45倍、高倍率ポールピースが220倍となっており、中間レンズの各ステップでの総合倍率は表2のとおりである。この倍率は装置により多少変動があるので、実際の倍率を測定してダイヤルに記入する。したがって、実用的に正確な倍率が読み取れることになる。

投射レンズと観察室の間には回折試料室があり、高分解能電子回折装置が取り付けられる。高分解能電子回折のカメラ長は280

表1 対物レンズの諸常数 (単位 mm)

加速電圧	$f_o$	$C_s$	$C_c$
50 kV	3.2	3.8	2.7
25 kV	2.5	1.6	1.7

表2 倍率一覧表 (加速電圧 50 kV)

Objective Condition	Step Proj.	Magnification									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Standard Objective Lens	Low Mag.	Diff.	1,	2,	4,	6,	8,	10,	12,	16,	20,
	High Mag.	Diff.	5,	10,	20,	30,	40,	50,	60,	80,	100,
21-15 $\phi$ Objective Lens	Low Mag.	Diff.	0,4	0,8	1,6	2,4	3,2	4,	4,8	6,4	8,
	High Mag.	Diff.	2,	4,	8,	12,	16,	20,	24,	32,	40,

( $\times 1,000$ )

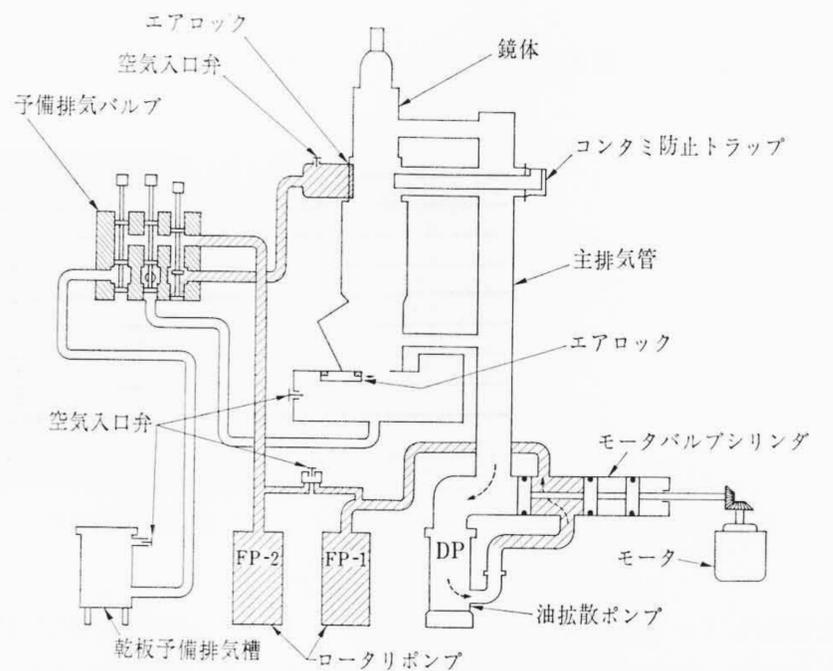


図7 排気系統図

mm 固定である。平常はここに露出計の自動シャッタが取り付けられている。露出計は CdS を検知器とし、電子線を光に変えてこれで CdS を照射し、CdS の抵抗変化を利用してオートシャッタを働かせるものである。

### 2.1.3 観察室、カメラ室

観察室は HU-11DS 形のものと同じで、視野選択用の大蛍光板のほかに微粒蛍光体を塗布したピント合せ用小蛍光板が取り付けられている。ピント合せ用の双眼ルーペはこの小蛍光板および大蛍光板両方に焦点を合わせることができる。

カメラのフィルム送りにはモータ駆動を採用し、ボタンを押すことにより正確に送り出せる。プッシュボタンの代わりにシャッタによるスイッチングを行なえば、自動送りとなり二重露出が防止できる。枚数は電磁カウンタにより表示される。カメラ室はエアロック式であるから随時、撮影済みフィルムを取り出すことができる。なお、3回分のマガジンを同時に乾燥できるフィルム予備乾燥器を付属させている。

### 2.2 真空排気装置

HS-8 形の排気系統図を図7に示す。水冷パッフル付きの油拡散ポンプ(D.P.)には拡散油として Poly Phenyl Ether を採用したので、D.P.からのバックストリームはほとんどない。D.P., F.P.による鏡体の本排気、予備排気はピラニーゲージとモータ駆動バルブにより自動的に行なわれ、誤操作のおそれは全くない。鏡体の主排気管を太くしてコンダクタンスを大きくするとともに、試料室後部排気管内にコールドトラップを設け、排気装置からの有害ガスの流入

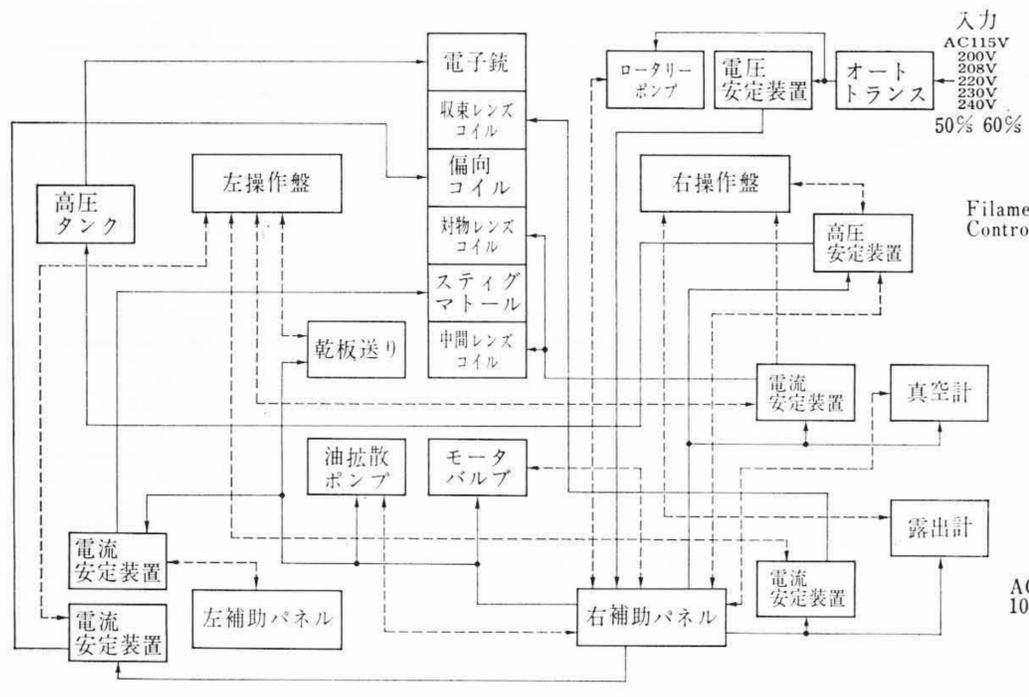


図8 電源系統のブロックダイアグラム

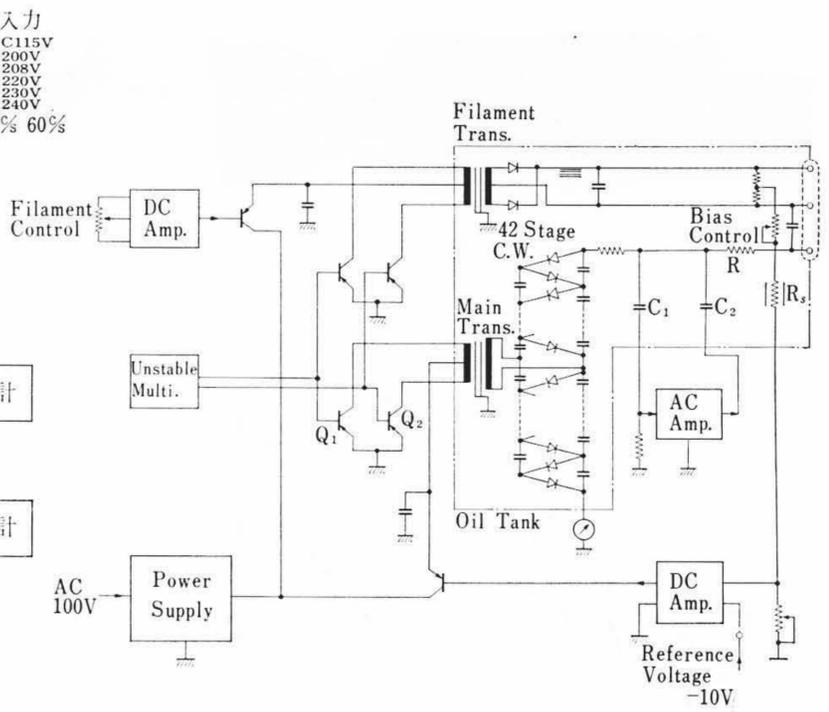


図9 高圧発生回路

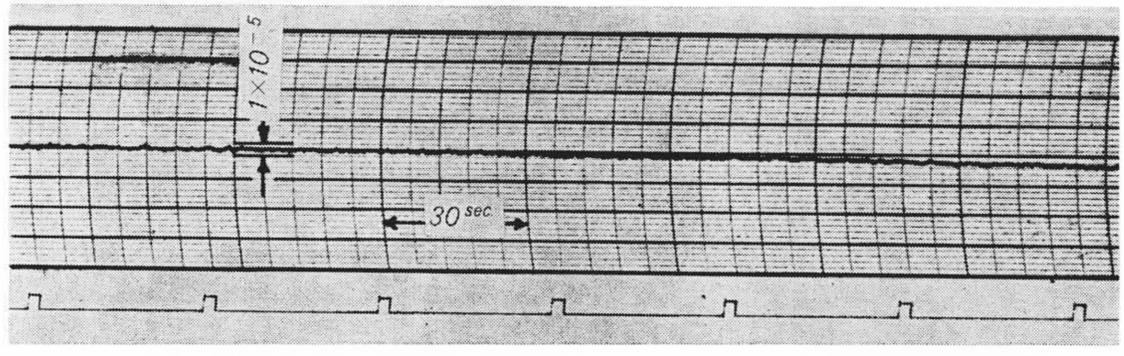


図10 50 kV 出力の安定度記録

を防止している。汚染防止用のコールドトラップを排気管内に収容したので、従来の試料室側面のコールドトラップと併用すればさらに試料の汚染防止の効果を上げることができる。

真空度測定用ゲージにはピラニーゲージとペニングゲージ（フィリップスゲージ）を採用し、大気圧から  $1 \times 10^{-5}$  Torr 以下まで正確に測定できる。このゲージは  $1 \times 10^{-3}$  Torr において on-off するリレーがあり、高圧印加の安全装置として使用されている。

2.3 電源

電源は高圧発生装置と、レンズ電流スタビライザが主電源で、このほかにステイグマトールや電磁軸調整用などの補助電源がある。図8にHS-8形の電気系統のブロックダイアグラムを示す。

2.3.1 高圧発生装置

高圧発生装置は4 kHz の方形波高周波入力をCW回路で昇圧整流し、25 kV、50 kV の加速電圧を得ている。図9は高圧発生回路である。CW回路は42段で押し上 Column の中心より駆動しているため、駆動電圧が低くなり、耐圧安全度に余裕をもたせることができる。電子銃のフィラメントの加熱用電流は直流であるからポイントカソードの使用が可能である。バイアスはセルフバイアス6段切換である。高圧出力の変動分は1,000 MΩ の基準抵抗により検出され、誤差増幅器で増幅されて駆動トランスにネガティブフィードバックされる。誤差増幅器には Field Effect Transistor によるチョッパンプを使用しているので、回路内でのドリフトがなく、長時間安定度が向上している。図10に50 kV 出力の安定度記録例を示す。長時間ドリフトの少ない利点としては多数枚露出のスルーフォーカスが可能になり、高分解能写真が容易に得られることにある。

2.3.2 レンズ電流安定装置

レンズ励磁電源は第2コンデンサレンズ用、対物レンズ用、中

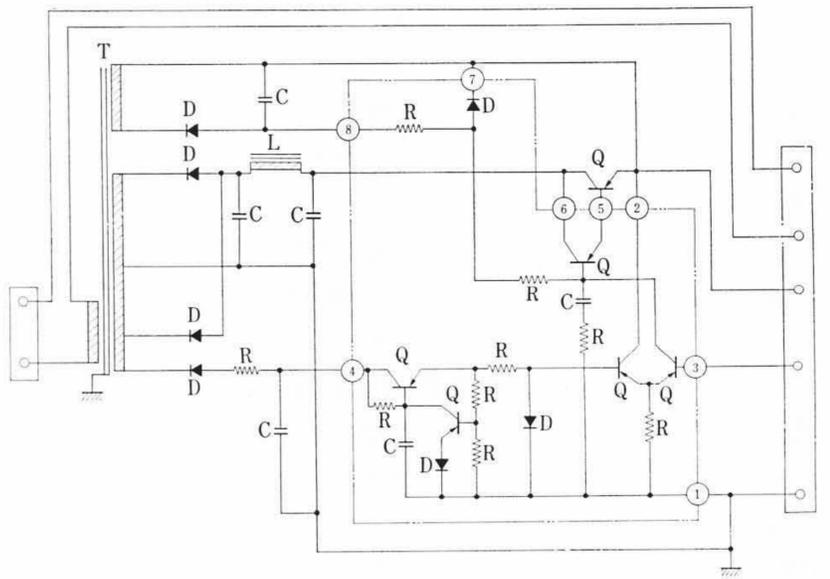


図11 励磁電流スタビライザ回路図

間レンズ用の3種で、この中で最も重要なのは対物レンズ用である。しかし、HS-8形においては80%を永久磁石で励磁しているから励磁電流の安定度は残りの20%のみについて論ずればよく、励磁の安定度  $1 \times 10^{-5}/\text{min}$  を要求するとすればコイルは  $5 \times 10^{-5}/\text{min}$  でよいことになり、回路設計上きわめて有利である。安定化回路はトランジスタによる誤差増幅ネガティブフィードバック方式で、マグネチックスタビライザと組み合わせて、  $5 \times 10^{-5}/\text{min}$  以下の安定度を得ている。図11は回路図を示したものである。第2コンデンサレンズ、中間レンズの励磁電源も全く同じ回路を採用している。対物レンズと、中間レンズはステップ変換、第2コンデンサレンズは連続可変である。

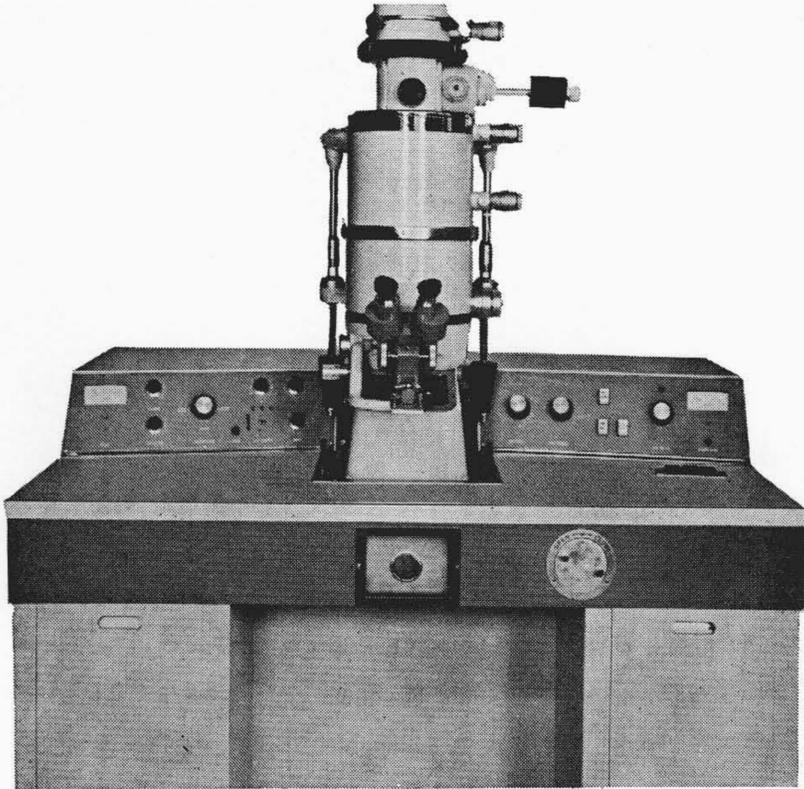


図12 HS-8形の主操作盤

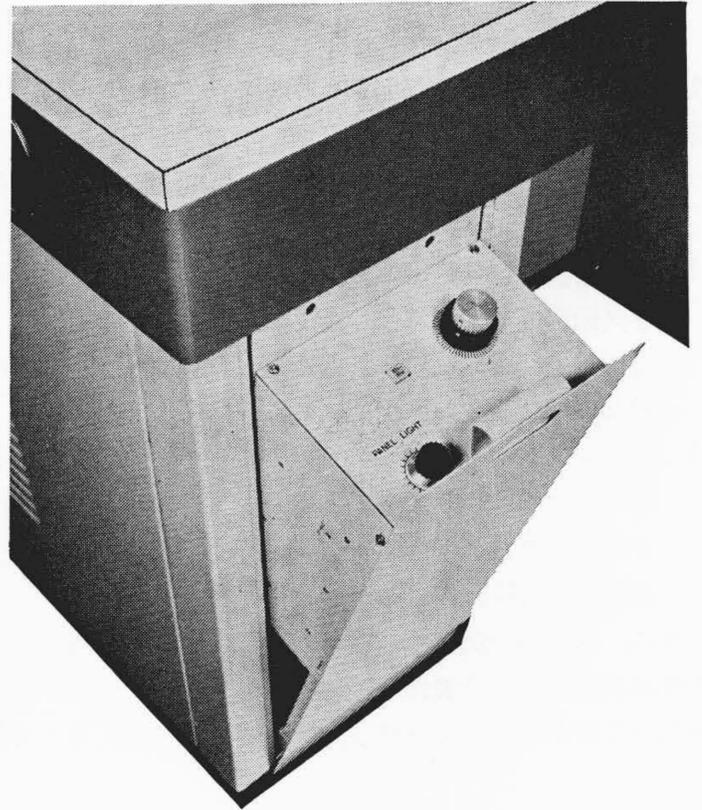


図13 左補助操作盤

#### 2.4 操作盤

操作盤は主操作盤と補助操作盤とに分けられ、主操作盤は卓上において電顕像観察を中心としたコントロール部分、補助操作盤は架台内に開閉自由に収納されていて、排気操作やスチグマツールなど補助的コントロール部分が納められている。

図12は主操作盤で、電子銃および照射系関係の調節ノブと倍率変換のダイヤルがある。倍率変換ダイヤルはステップ式であるが、Diffractionのコントロールノブで小範囲の連続変換が行なわれる。このDiffractionノブは電子回折のときの収れん点を求めるためのもので、ほかの倍率はこの収れん点を倍率の基準点にしてある。

右操作盤には加速電圧のon, offスイッチと、焦点調節用ツマミ、露出計などがある。露出計はフィルムの感度に応じてタイマーの位置を決めるもので、同一電子流密度に対してPosition 1が最も露出時間が長く、Position 8が最も短い。この露出計はPosition 3のとき蛍光板上の電子流密度が $1 \times 10^{-10}$  Amp/cm<sup>2</sup>のとき3秒の露出になるように調節してある。各となり合ったPositionの露出時間の比は約1.5である。

図13, 14は補助操作盤である。図13はスチグマツールコントロール、図14は電源および真空操作のボタンが配置されている。

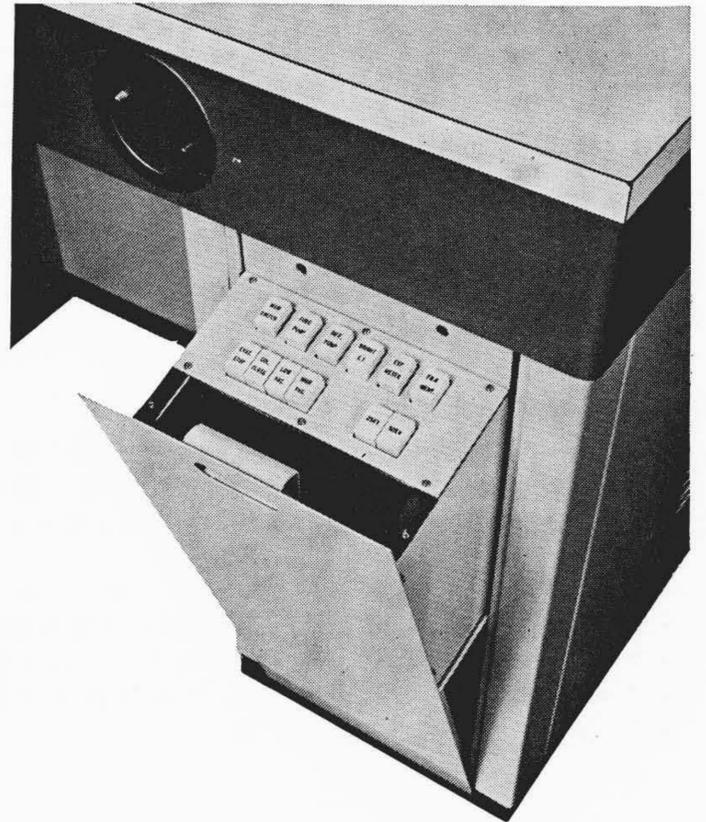


図14 右補助操作盤

### 3. 性能

HS-8形の理論分解能 $d_{\min}$ を次式によって求めると、

$$d_{\min} = 0.43(C_s \lambda^3)^{1/4}$$

$C_s$ は球面収差、 $\lambda$ は電子線の波長であるから、標準対物レンズの $C_s = 3.8$  mm、50 kVの $\lambda = 5.4 \times 10^{-2}$  Åを代入すると、3.8 Åとなる。

このときの対物レンズの最適開口角 $\alpha_{\text{opt}}$ は

$$\alpha_{\text{opt}} = 1.4(C_s^{-1} \cdot \lambda)^{1/4} = 8.6 \times 10^{-3} \text{ rad}$$

となる。実際の写真による試験では $\text{K}_2\text{PtCl}_4$ の6.9 Å, 5.6 Åが撮影され、点間隔で8 Åが容易に解像されている。図15は金の蒸着粒子による点分解能撮影例である。

なお、対物レンズ、投射レンズの励磁が永久磁石である関係上、標準のレンズ構成では低倍率に限界がある。低倍率を望む場合は長焦点対物レンズを使用する。このレンズの焦点距離は8.5 mmで、倍率は標準レンズの場合の1/2.5となり400倍から40,000倍の範囲が観察可能になる。図16は低倍率での応用写真例である。

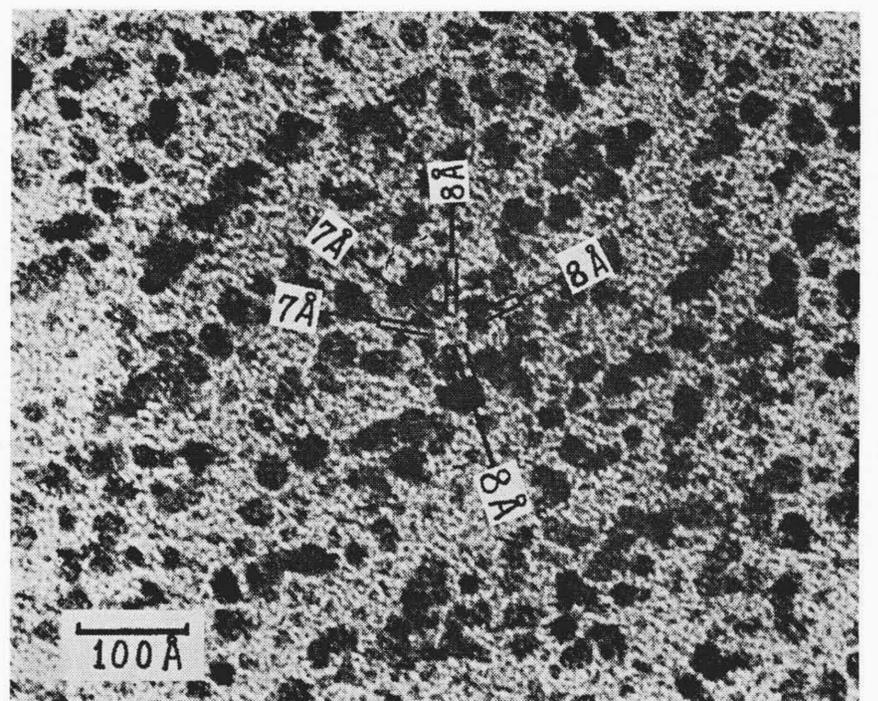


図15 金の蒸着粒子による点分解能撮影例

4. 結 言

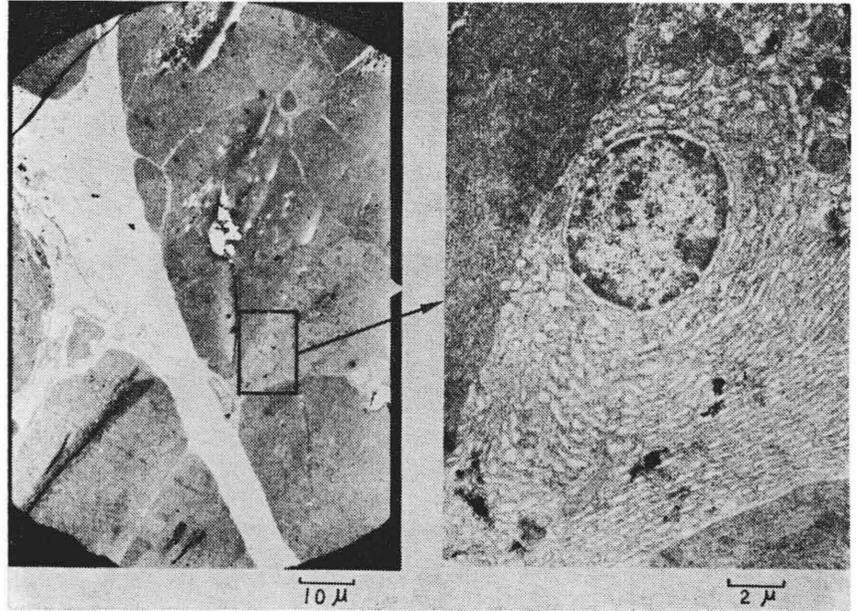
普及形電顕として試作した HS-8 形の構成と諸特性を述べたが、その要旨を総括すると次のとおりである。

- (1) 鏡体は HS-7S 形を基本とし、これに電磁軸調整、電磁ステグマトールを採り入れた。
- (2) 倍率直読と自動露出計およびモータドライブカメラにより写真撮影操作を簡易化した。
- (3) 高圧発生装置に高周波入力 CW 回路を採用し、25 kV、50 kV の 2 段変換方式にし応用分野を広げた。
- (4) 標準レンズでの倍率は 1,000~100,000 倍、低倍率レンズでの倍率は 400~40,000 倍をカバーし、分解能は点間隔で 8 Å を保証できた。
- (5) 排気系を自動操作にした。

終わりに、本電顕の試作に当たりご指導いただいた日立製作所中央研究所木村部長、日立製作所那珂工場大沼部長、および設計製作にご協力いただいた窪添技師以下、電顕関係の諸氏に厚くお礼申し上げます。

参 考 文 献

- (1) 赤堀ほか：日立評論 44, 2031 (昭 37-12)



(a) (b)  
試料.....Biology Thin Section  
(b)は(a)の部分拡大

図 16 長焦点レンズによる低倍率写真試料

Vol. 50

日 立 評 論

No. 5

目 次

■ 論 文

- 直流電流比較器の検出特性
- 黒心可鍛鑄鉄の高温強度
- 60~70 kg/mm<sup>2</sup> 級高張力鋼の溶接性、加工性および水力機器への応用 (その一、基礎試験)
- 空気遮断器の振動特性
- サイリスタ式回生ブレーキ付 ED94 形交流電気機関車
- クリーンルームにおける塵埃 (じんあい) 制御
- クロスバ交換機プレスショップの自動生産設備
- バンド補強形白黒ブラウン管

- 新しく開発した 4 導体スペーサの性能
- 集電環表面温度とブラシの諸特性

■ 大形鑄造品特集

- 大形タービン用鑄鋼品の鑄造
- 大形ステンレス鑄鋼製水車用ランナの鑄造
- ガスタービン用鑄鉄鑄物部品の製造
- 鑄鉄、鑄鋼の肉厚感受性
- 鑄物の凝固への計算機の応用
- 流動 N プロセス

発行所 日立評論社

東京都千代田区丸の内1丁目4番地

取次店 株式会社 オーム社書店

振替口座 東京 71824 番

東京都千代田区神田錦町3丁目1番地

振替口座 東京 20018 番