

THE HITACHI

Scientific Instrument

NEWS

July 1960 Vol. 3 No. 3

日立の電子レンズ

片桐 信二郎*
菊池 嘉夫**
風見 角次郎**

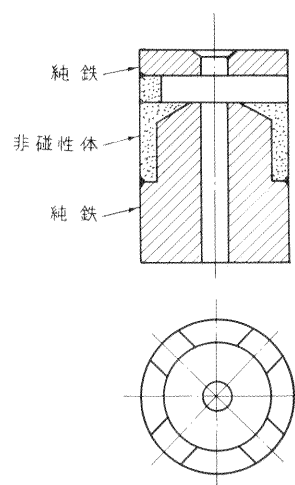
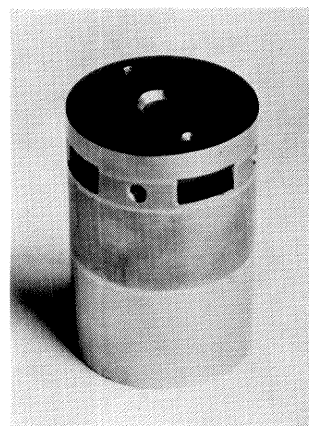
電子顕微鏡の分解能を制限する重なる収差としては対物レンズの球面収差、色収差、非点収差等があることは周知の通りである。これ等収差のうち、球面、及び色収差係数は励磁の強さと電子レンズ磁極の孔径および間隔がきまれば一義的にきまる値であるが、非点収差はレンズ個々によって大きなバラツキがある。その主な原因は磁極の工作的な陥欠と材質の不均一性によるものとされている。その前者については多くの理論的な研究がなされているが、後者については全く明らかにされていなかった。

日立の電子顕微鏡に用いられる電子レンズは上下磁極が固定された、所謂“ブロックレンズ”と呼ばれるもので、強励磁で使用されている結果、球面、色の両収差は小さく、同時に非点収差も、非点隔差にして 1μ 以下に抑えられ、非点収差補償装置なしでも高分解能の得られる大きな特徴を有している。以下非点収差の性質について述べる。

第1図は電子レンズの外観ならびに断面図を示す。上下磁極は純鉄で作られ、非磁性のスペーサに熔着してのち、磁極孔を穿孔し、孔径のラッピングを行っている。ブロックレンズであるため工作精度を高めることが可能である。

磁極の材質的な性質を見るため焦点距離を変えて非点隔差を測定すると、第2図の如くなる。非点隔差は焦点距離にはほぼ比例するから、縦軸を非点隔差 L を焦点距離 F の2倍で除した量 ε ($\varepsilon = L/2F$) で表わし、横軸に励磁アンペアターンをとる。 ε の値は励磁の強くなるに伴って急激に低下する。磁極に材質的な欠陥がなければ、 ε の値は励磁に対してはほぼ一定値をとる筈で、弱励磁における ε の増大は材質によるものと推定できる。強励磁における ε はほぼ一定値をとり、(極めて強励磁では若干増加するこ

* 中央研究所 ** 多賀工場



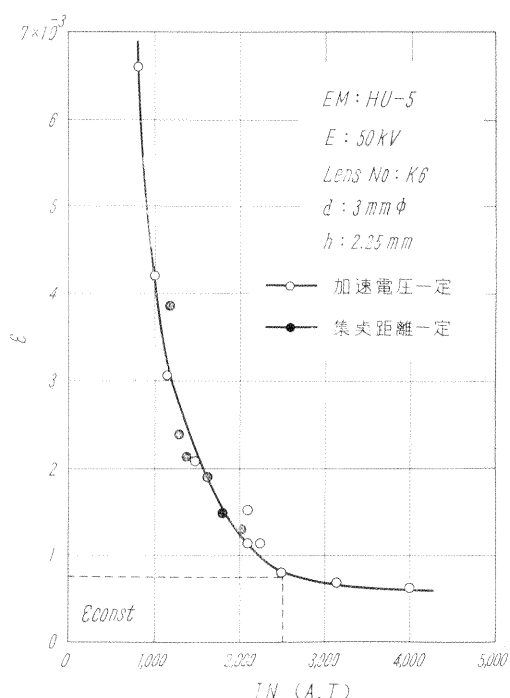
第1図 電子レンズの外観および断面図

ともある)。非点収差は少い状態になることはこの図から明らかである。強励磁における非点隔差は工作精度、特に磁極孔径の真円度に依存することが大きい。従って、工作精度を高めることによって、極めて小さな非点隔差にすることができる。第3図は補正装置なしで得られた 0.2μ の非点隔差を示す。

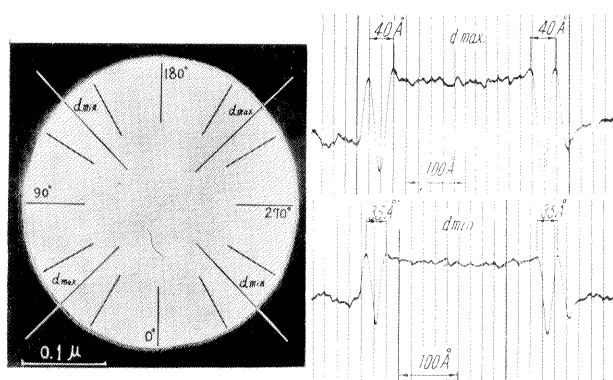
一般に普通の電顕に用いられている電子レンズは、上下磁極を

分離する構造が多い。その理由は材料、および工作精度の欠陥を、上下磁極を光軸に対して回転して、最も非点収差の少くなるような位置で使用するため、 3μ 程度の非点隔差が限度のようである。

材料の欠陥は適当な方法で作製した材料を用いることによって除くことができる。このような材料を用いた場合 ε の値は励磁に対して一定となり、弱励磁でも非点収差は増加しない特徴を有し、対物レンズの他、中間レンズ、コンデンサーレンズ等の製作に用いられている。



第2図 励磁アンペアターンと非点隔差の関係



第3図 非点収差の少ない例

EPMA (微小部X線分析装置) の分析例

渡 辺 宏*

岡 野 寛*

菊 池 嘉 夫**

I. プラチナデウムの定性分析例

第1図はプラチナデウムと呼ばれる耐酸耐熱鋼を定性分析した例である。耐酸耐熱性のため化学分析がむづかしく、貴重品のため非破壊的な分析が必要で、また、少量のため蛍光X線による分析が困難であるなどの理由で分析装置として本装置が選ばれた。

本分析は、試料の分析箇所を固定しX線スペクトロメーターを走査して行ったものである。第1図の横軸はX線の波長に対応し、ピーク位置より含有元素を求めることができる。プラチナデウムの分析結果には Mo, W, Cu, Ni, Fe, Mn, Cr のピークがみられ、試料がこの7元素よりなる合金であることがわかる。縦軸はX線の強度を示し、ピークの高さより定量分析を行なうことができる。この分析に要した時間は約20分であった。

II. 鉄鋼中の砂疵の分析

鉄鋼中に現われる砂疵は、砂疵の部分のみを試料として抽出することがむづかしいために従来分析が困難であった。本装置は試料表面を 1μ 或はそれ以下の分解能をもって分析することができるので、約 $10 \times 100\mu$ の大きさをもつ砂疵なども容易に分析できる。

この分析は、電子線が砂疵を横切るように試料を自動的に送って、特定特性X線の時間的な強度変化を記録することによって行なったものである。すなわち、第2図横軸は試料面上の走査距離を示し、縦軸は成分の含有率を示している。Fe, Mn, Cr, Ti の4元素の分布を調べたが、砂疵の部分には Ti と Mn が集っていて Fe と Cr が少ないことが解った。さらに細かくみると、砂疵の中に Tr, Mn が少なく Cr の多い部分 (図中○印) がみられる。

分析に要した時間は約40分であった。

III. Cu-Zn の拡散の分析

第3図は熱処理によって生ずる Cu と Zn の間の拡散の模様を分析したもので、a が熱処理前、b が熱処理後の Cu, Zn, Pb の分布状態を調べたものである。

試料は Cu の板に Zn, Pb の合金を熔かしつけたもので、分析結果の内、Cu, Zn の2元素に着目すると、熱処理前の試料に殆んど拡散がみられないのに対し、熱処理 (200°C , 6 hr) 後 Cu, Zn が約 150μ にわたって互に拡散している様子がみられる。これは、図中の光学顕微鏡写真の黒い帯状の部分 (B) に対応している。

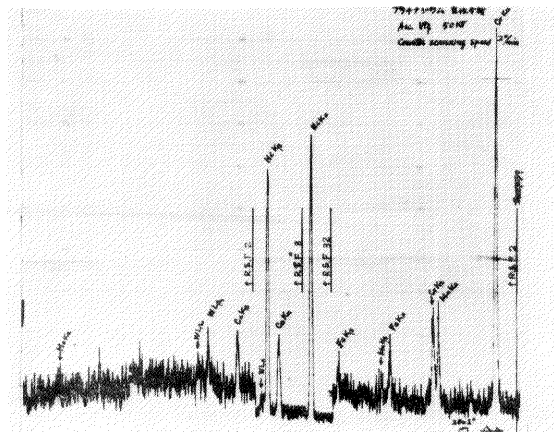
IV. Al 偏析の分析

EPMA で軽い元素の分析を行なうのはなかなかむづかしいとされているが、長波長領域分析の一例として Al^{13} を分析した結果をあげる。

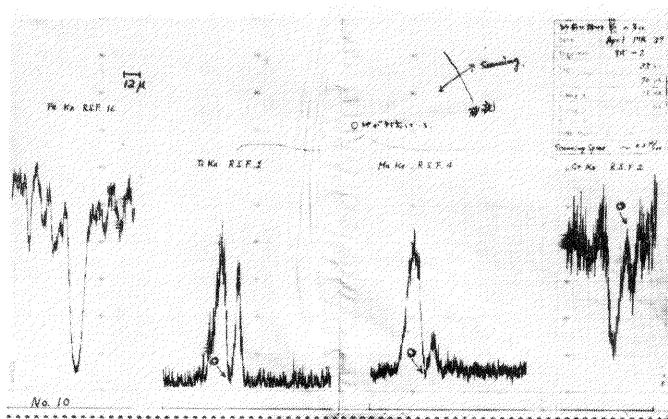
* 中央研究所 ** 多賀工場

第4図は原子燃料被覆に用いる Al 合金中の Al の偏析の有無を分析した例で、分析箇所 a ではやや偏析がみられ、b では殆んど偏析がみられない。

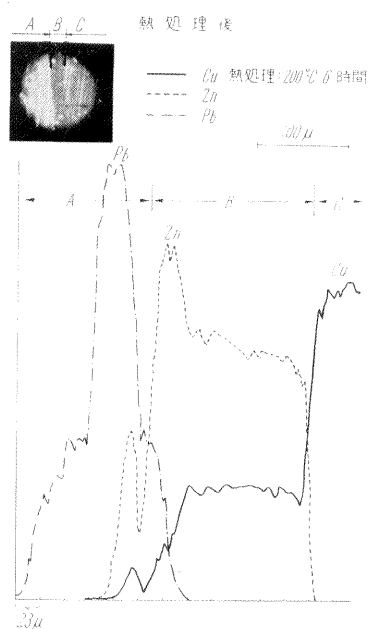
X線通路は真空にし、反射結晶として ADP、検出器として Gas-flow Type Proportional Counter を用いた。



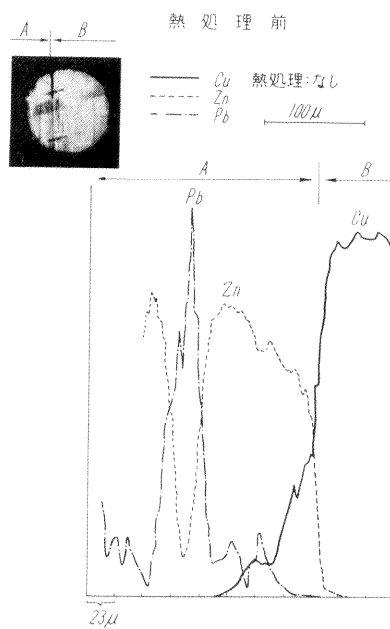
第1図 耐酸耐熱鋼の定性分析



第2図 鉄鋼中の砂疵近傍の Te, Cr, Mn, Ti の成分変化

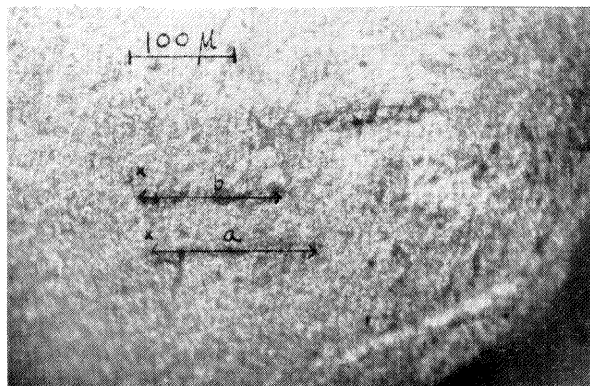


(a)

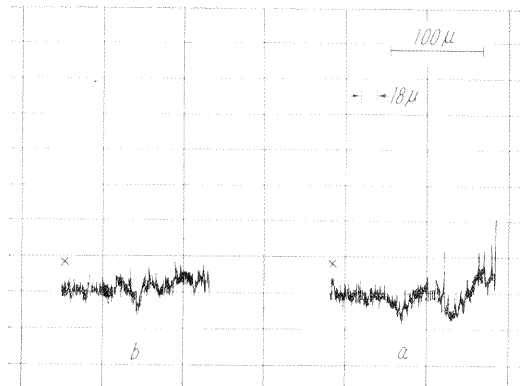


(b)

第3図 Cu-Zn 相互拡散の分析



試料の光学顕微鏡写真



分析箇所 a, b の分析結果

第4図 原子燃料被覆用 Al 合金の Al 偏析の検査

HH-3 形 日立水素放電管について

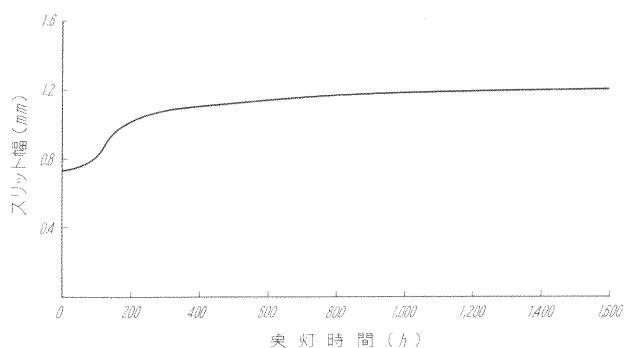
佐 藤 繁*

分光光電光度計で吸光分析を行う場合の紫外域光源としては水素放電管が使用される。弊社の EPU 形又は EPS 形分光光電光度計に装着されている水素放電管は、他社製に比し次のような特長を持っている。

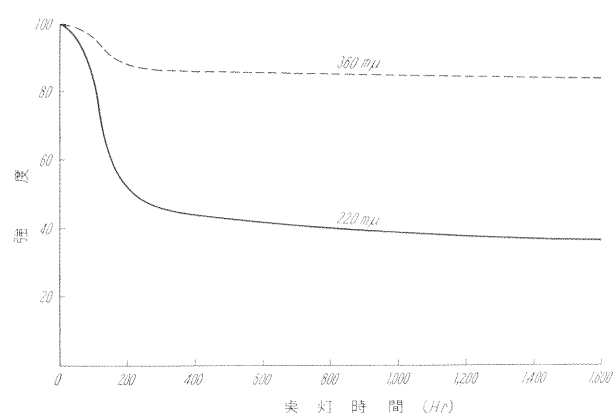
1. 窓部は石英製であるから紫外域、特に $240\text{ m}\mu$ 以下の波長域で窓材の吸収による損失が少ないから感度がよく、かつ機械的強度が大である。
2. バルブも石英製で窓部との接合部に中間ガラスを使用していないから、ガラスのはねに基因する破損がない。
3. バルブの径を大きくし、窓部を突き出させているので黒化が少い。
4. 陰極と陽極の材質、構造および配置は黒化を少くするように考慮されている。
5. 封入されている水素は質量分析的に純粋なものを使用しているから窓部が黒化しない。

水素放電管の寿命には点灯不能の現象を示すものと、紫外線の強度が低下し測定不能の現象を示すものがある。点灯不能の原因は陰極に塗布された酸化物が消耗するためであって、封入水素が電極に吸着されたり、あるいはバルブを通して拡散消失し水素圧が低下するためではない。一方紫外線強度低下の原因は封入水素の純度がよければ陰極よりの壊散物質の附着による窓部の黒化は避け得るから石英のソーラリゼーションで窓部の透過率が低下するためと思われる。

点灯時間に対する紫外線強度の変化状態を第 1 図および第 2 図に示す。縦軸に波長 $220\text{ m}\mu$ における 100% 合せに要したスリット幅をとって表わしたのが第 1 図であり、縦軸に強度をとり、波長 $220\text{ m}\mu$ および $360\text{ m}\mu$ における初期の強度をそれぞれ 100 としたものが第 2 図である。すなわち点灯直後暫らくの間は強度変化は少いが、約 100 時間経過後から急激に強度が低下し、300 時間以後は緩慢となる。しかもこのような強度の低下は波長によ



第 1 図 点灯時間に対する紫外線強度の変化状態



第 2 図 点灯時間に対する紫外線強度の変化状態

て異なり、長波長に行くに従って低下は少なくなる。従って紫外線の強度低下からの寿命は短波長域の強度によって左右されることになる。

なお水素放電管は使用しないで保存しておいても、点灯状態程ではないが紫外線強度が第 2 図のような傾向で低下する。これは石英のソーラリゼーションの進行に基因するものと思はれる。

* 多 賀 工 場

G-1 形 分光蛍光附属装置 について

佐 藤 繁*
栗 原 誠*

従来医学や化学方面で使用されている蛍光光度計は、第2図に示すように励起光として超高圧水銀灯よりの輝線スペクトル例えば $365\text{ m}\mu$ や $435.8\text{ m}\mu$ をフィルタにて選択して使用していた。しかし物質によっては $365\text{ m}\mu$ で励起させても蛍光を発しないものが、励起波長を変えることによって蛍光を発するという例が多く、微量分析の手段として蛍光法が重要視されるにしたがい励起光を任意に変え得る蛍光光度計が要求されるようになった。

かかる要求に応ずるため製作されたのが G-1 形分光蛍光附属装置で EPU 形分光光電光度計と組合せ、前者を励起用単色光器、後者を蛍光分析用分光器として使用するもので、第1図に外観を第3図に光学系を示す。

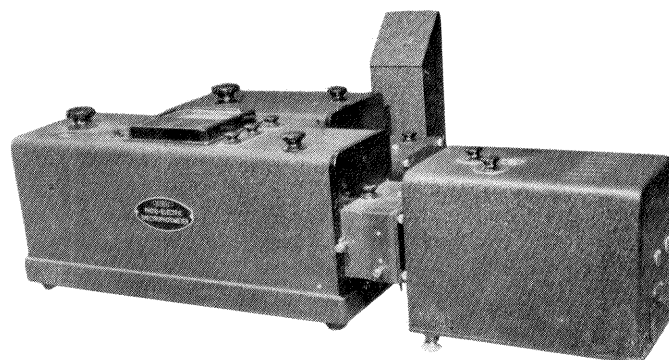
励起用単色光器の光源には紫外域より可視域に亘り強力な連続

スペクトルを出すクセノンランプが用いられている。励起用単色光器の光学系はリトロー形で、主反射鏡の焦点距離は 250 mm である。分散体には反射形廻折格子（格子常数 $720/\text{mm}$ ）が用いられているから、励起光の波長目盛は均一で $200\sim 700\text{ m}\mu$ の波長域を $1\text{ m}\mu$ で分割されている。また一定のスリット幅で全域一定波長幅の励起光をとり出すことができるから、スリット幅の代りに波長幅 $2\sim 20\text{ m}\mu$ が $1\text{ m}\mu$ で目盛られている。

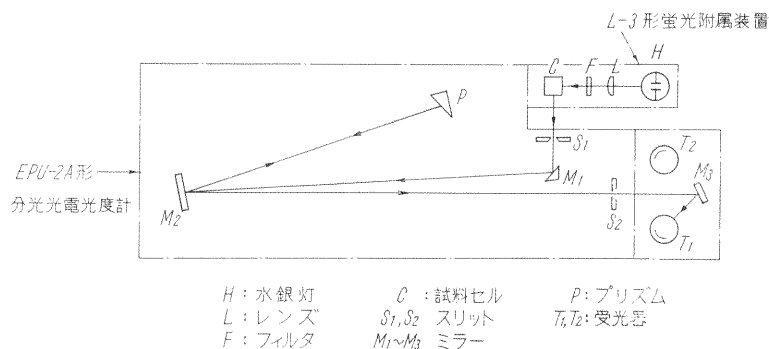
試料セルは内径 $10\times 10\text{ mm}$ 、石英製で4個併装されている。

第4図は Serotonin の水溶液（濃度 1 Ppm ）について蛍光分析用分光器の波長ダイヤルを $340\text{ m}\mu$ に固定しておき、励起用単色光器からの励起光の波長を変えたときの蛍光強度の変化をプロットしたもので、 $295\text{ m}\mu$ で励起させたとき蛍光強度が最大となることを示している。

第5図は Serotonin の水溶液を $295\text{ m}\mu$ で励起させたときの蛍光スペクトルで、光電子増倍管の分光特性を含んだものではあるが $340\text{ m}\mu$ で蛍光強度が最大となっている。

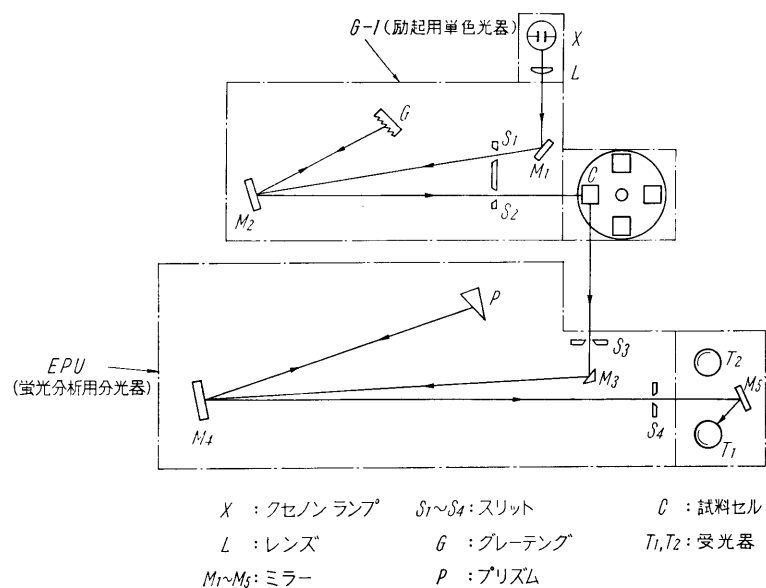


第1図 分光蛍光光度計 外観

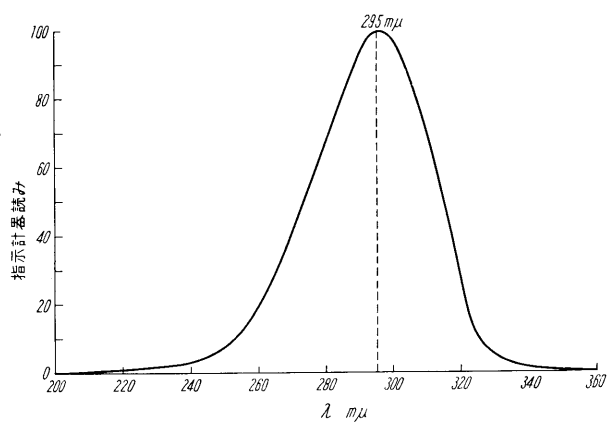


第2図 蛍光光度計 光学系

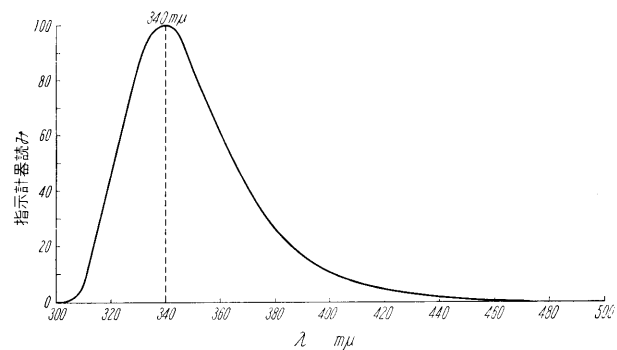
* 多賀工場



第3図 分光蛍光光度計光学系



第4図 励起波長を変えたときの蛍光強度の変化



第5図 Serotonin の蛍光スペクトル