

THE HITACHI Scientific Instrument NEWS

August, 1962 Vol. 5 No. 4

目 次

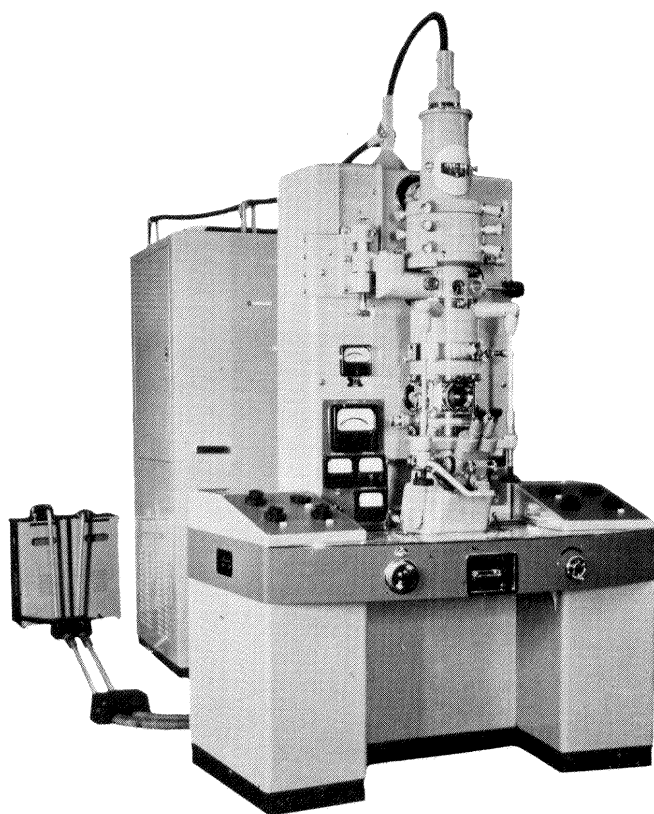
1. HU-11A 形日立電子顕微鏡の分解法・徳安清輝・松本健次・赤堀 宏…………… 1
2. HS-7 形日立電子顕微鏡 ・ 赤堀 宏・窪添守起・木村博一…………… 3
3. 極紫外スペクトルの測定と応用 ・ 大八木義彦・赤松貫之…………… 6

日立 HU-11A 形 電子顕微鏡の分解能

徳安清輝* 松本健次* 赤堀 宏*

1. 概 要

HU-11は1959年に製品化され、性能的には当時の最高を行くものとして内外に認められていた。しかし分解能 $8\sim 10\text{Å}$ なる値を得るためには、ある程度の操作技術を必要とした。最近には特に高分解能が要求され、合わせて操作の容易ということが重要視されて来たのでHU-11に改良を加えてHU-11Aを完成した。新設計のおもな点は、電源、試料微動機構、軸調整機構などで、いずれも分解能に係る重要なところである。そのほか試料の汚染防止装置や露出計連動シャッターなどを組み込んで写真撮影条件の均一化を図った結果、 7Å を保証することができた。第1図はHU-11Aの外観写真である。



第1図 外 観

* 日立製作所那珂工場

2. 改良点

特に性能に関係あるところのみについて記す。

(1) 電源

加速電圧、レンズ電流とも大幅に安定度をよくし、使用上の利点を考慮して設計された。(改良内容については次回報告予定) 結果を第2図に示す。この写真はコロジオン膜の孔を15秒間隔で露出したもので、最初に焦点調節を行ないこれをOとし、次からは全く調節を行わずに一定時間の間隔で露出した一連の写真を基にし、穴の特定な場所を切り取って輪状に並べたものである。Oから始まり右回りに4分15秒まで、それぞれの過焦点フリンジの幅はほとんど変化していない。これは加速電圧、および各レンズ電流が変動していないことを示すものである。このフリンジ幅の変化から次式を使って電源の総合安定度を求めることができる。

$$W_o = \frac{2.6 \times 10^3 \cdot \sqrt{E}}{fM^2} \cdot \frac{x_o^2 - x_t^2}{t}$$

W_o =ドリフト(単位時間当り), E =加速電圧, f =焦点距離, M =倍率, x_o , x_t =フリンジ幅, $t=x_o$ から x_t に至る時間

第2図のフリンジ幅変化から安定度を計算すると 2×10^{-6} 以上となる。

(2) 試料微動

HU-11の微動機構は微動皿と対物磁路の間に2枚のサファイヤ板にスチールボールをはさんだものをセットし、ボールをころがして微動を行っていた。この方法は、動きは円滑で再現性も良好であったが、対物コイルの発熱による温度上昇が微動皿に伝わりにくく、温度平衡に達するまでかなりの時間を要し、これが微動皿の流れの一因となっていた。新方式ではこの点を考慮して熱的な試料微動の流れの減少を図り、露出中の試料の動きを少なくした。

(3) 照射系

照射系は傾斜調整機構を改良し、傾斜の中心を試料面に正しく保持したまま電圧中心、電流中心を合わせられるようにした。また第1コンデンサと第2コンデンサのボールピースは機械的に中心を合わせて、軸調整の必要をなくしたので操作が容易になった。

(4) その他の改良

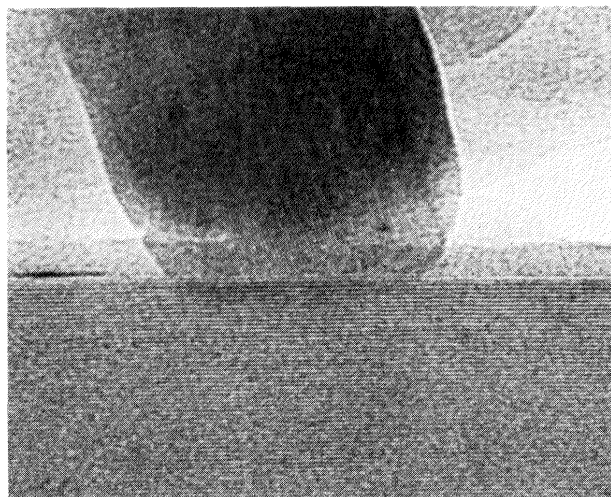
第2コンデンサ、対物レンズの可動絞りはクリックストップ式に絞り孔がほぼ電子線通路の中心にくるようにしたので操作が迅速

正確に行なえるようになった。

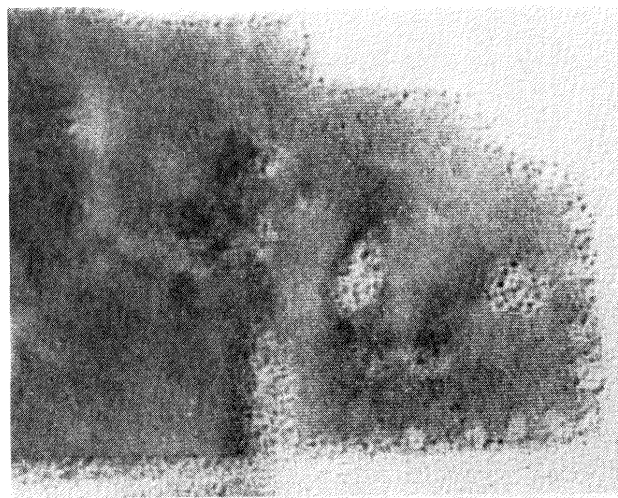
試料室には試料の汚染防止用冷却トラップを設置し、汚染しやすい試料を保護するようにした。

3. HU-11Aの性能

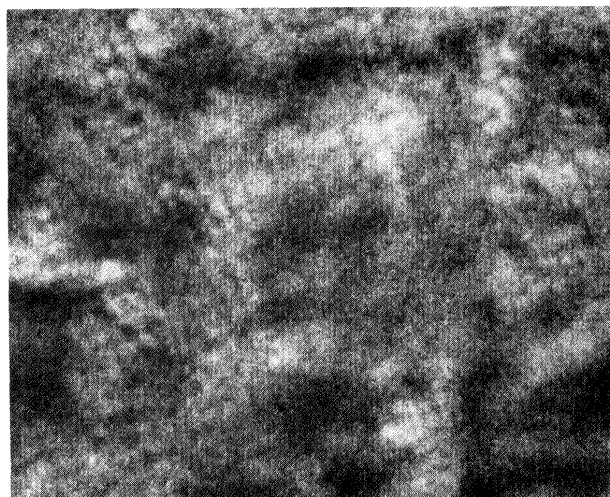
性能向上のためにはだいたい以上のようなところが改良された。改良後の性能は K_2PtCl_6 の結晶格子 $5.63 \text{ \AA}$ も比較的容易に撮影できるので、 K_2PtCl_4 の結晶格子 $6.99 \text{ \AA}$ を撮影することで $7 \text{ \AA}$ を保証することにした。撮影例を第3図、第4図、第5図に示す。



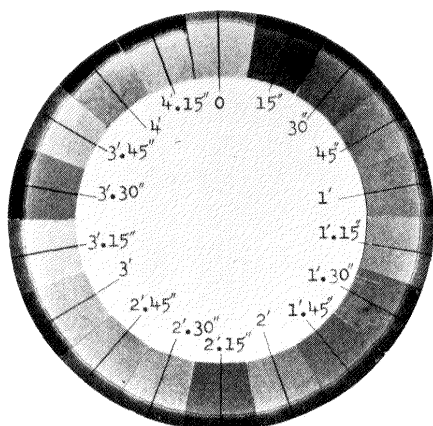
第3図 銅—フタロシアニン格子 ($12.6 \text{ \AA}$)
ほぼ直交した2つの結晶格子が撮影されている。これは対物レンズの非点収差がきわめて少なく、かつ微量の流れが皆無であることを示している。



第4図 第1塩化白金カリ (K_2PtCl_6) 格子 ($6.99 \text{ \AA}$)



第5図 第2塩化白金カリ (K_2PtCl_6) 格子 ($5.63 \text{ \AA}$)



第2図
電源の総合安定度
を示す膜孔フリン
ジの変化
数字は露出間隔を示す

日立 HS-7 形 電 子 顕 微 鏡

赤 堀 宏* 窪 添 守 起* 木 村 博 一**

§ 1. HS-7 の改良点

HS-7 形電子顕微鏡は HS-6 の特長であるところの永久磁石励磁方式にコイル励磁の迅速性を組み合わせたレンズ系を中心とし、操作の容易、外観の優美を目標として設計されたものである。その特筆すべき改良点を挙げると、

1. 対物レンズは全起磁力の約80%を永久磁石で励磁し、残りの20%をコイル励磁として、焦点調節はこのコイル電流を加減することにより行なうようにした。コイル電流はトランジスタ回路を採用し安定度は 1×10^{-4} 以上にしているため、対物レンズの総合安定度は 2×10^{-5} を保証することができた。
2. 中間レンズの励磁はコイル方式とし、倍率変換の迅速性を採り入れた。電源はトランジスタ回路を採用し、安定度は 1×10^{-4} 以上を確保している。
3. 投射レンズは永久磁石励磁を採用し、拡大率の異なる2個のボールピースを真空外から交換して倍率の可変範囲を広くした。レンズを交換すると倍率指示計の照明ランプの色が変り高低いずれのレンズかを指示するようになっている。
4. 試料室は HU-11A と同形式とし、付属装置の共用を図った。
5. 電子銃部はリフティンデバイスで持ち上げ、ケーブルヘッドを引き抜くことなしにフィラメント変換を行なえるようにした。
6. 真空排気系統は HS-6 と同じであるが、真空切替バルブはモータ駆動式を採用し、予備排気、主排気ともプッシュボタンにより操作するようにした。
7. 真空計はピラニ真空計によるメータ指示を採用し、 $3 \sim 5 \times 10^{-3}$ mmHg で連動する安全スイッチを設けて真空度低下のとき高圧電源を遮断するようにした。
8. テーブルを広くし、試料交換そのほかの操作を容易にした。
9. 乾板の予備乾燥器を設置した。
10. 真空ポンプと入力電圧安定装置を除く一切を架台内に収容して設置床面積を小さくした。

§ 2. HS-7 の構成および技術仕様

1. 全体構成

- A. 本体、架台、排気系、操作盤
- B. 磁気増幅形電圧安定装置、電圧スタビライザ、電流スタビライザ、高圧トランス。
- C. 油拡散ポンプ（1台）、ロータリポンプ（2台）。

2. 本体構成

電子銃、コンデンサ、試料室、対物レンズ、中間レンズ、回折試料室、観察室、カメラ室。

3. 観 察 系

肉 眼	7 倍固定双眼顕微鏡
写 真	8.25×12 cm 乾板 18 枚装てん 7.5×5 cm 36 視野撮影
または	3¼"×4" 乾板 18 枚装てん 7.5×8 cm 18 視野撮影

4. 取り付けできる付属装置

A. 上部試料室

- (1) 試料加熱装置 (HH-2)
- (2) 試料冷却装置 (HC-2)
- (3) 試料歪装置 (HD-2)
- (4) ステレオ装置 (HK-1 S)
- (5) コンタミ防止装置 (HY-2)
- (6) 試料傾斜装置 (開発中)

B. 下部試料室

- (1) 電子回折用試料ホルダ (HE-1)
- (2) 試料加熱ホルダ (SH-C)
- (3) 試料冷却ホルダ (SH-D)
- (4) 低速電子銃 (SG-A)
- (5) シネカメラ（観察室）

5. 保 護 装 置

- A. 高圧連動スイッチ付真空計
- B. 水圧リレースイッチ（警報ブザー付）

6. 所 要 電 力

100V, 50 または 60 $\sim$ 2 kVA

§ 3. HS-7 の性能仕様

以上のような改良の結果 HS-7 の性能仕様を次のように定めることができた。

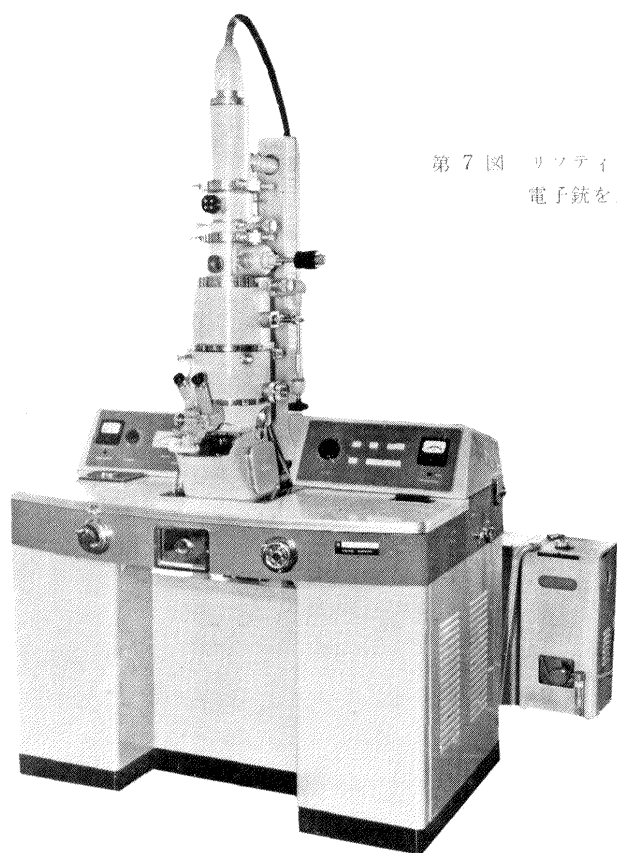
1. 分解能 15 Å（標準レンズのとき）
20 Å（付属装置用レンズのとき）
2. 倍 率 1,500 $\sim$ 50,000倍（標準レンズ）
700 $\sim$ 30,000倍（付属装置用レンズ）
3. 電子回折分解能指数
制限視野電子回折 3×10^{-4}
高分解能電子回折 5×10^{-5}
4. 電子回折カメラ長
制限視野電子回折 910 mm（高倍用投射レンズの場合）
230 mm（低倍用投射レンズの場合）
高分解能電子回折 280 mm 固定

* 日立製作所那珂工場 **日立製作所中央研究所

§ 4. 写真説明

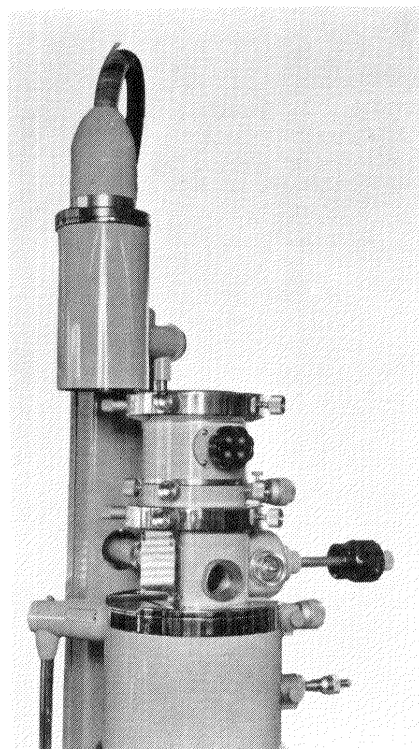
第6図はHS-7形電子顕微鏡の外観を示す。第7図はフィラメント交換、アノードやコンデンサ固定絞りの掃除などを行なう状態で第8図は電子銃部を下からのぞいたものである。第9図は右操作盤で排気系統の押ボタンおよび真空計、高圧関係の押ボタンとピント合わせ用ツマミがある。テーブル上の黒い押ボタンは

カメラ室、試料室、乾板乾燥室の予備排気用バルブである。第10図は左操作盤で入力電圧計を兼ねたビーム電流計、フィラメント電流調節ツマミ、倍率指示形および倍率調節用ツマミがある。テーブルには乾板の乾燥室がある。第11図は操作盤やテーブル内部の点検状態を示すものでヒューズ点検、排気系点検が容易である。第12図に分解能を示す撮影側として銅-フタロシアニン格子(12.6 Å)を示す。第13図は金の蒸着粒子である。

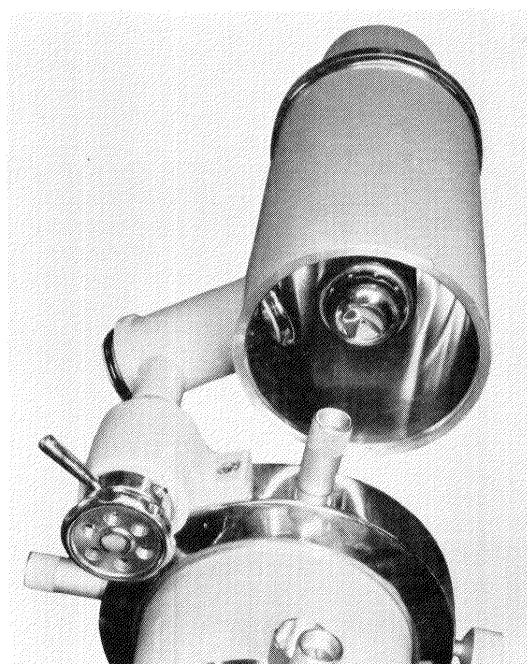


第6図 HS-7形電子顕微鏡外観

第7図 リフティングデバイスにて
電子銃を上げた状態

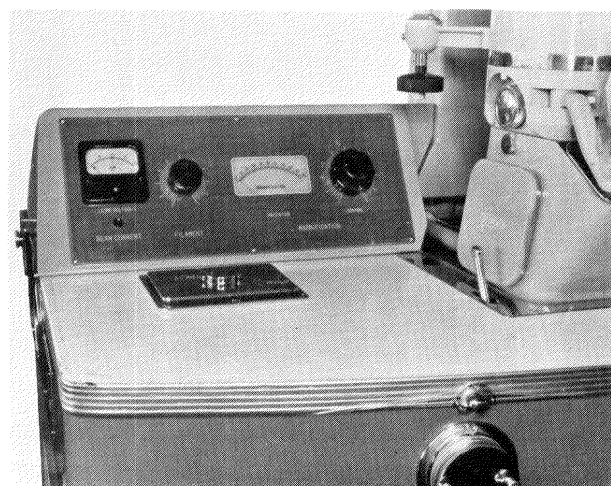


第8図 フィラメント交換はこの状態で
ウェネルトをはづす

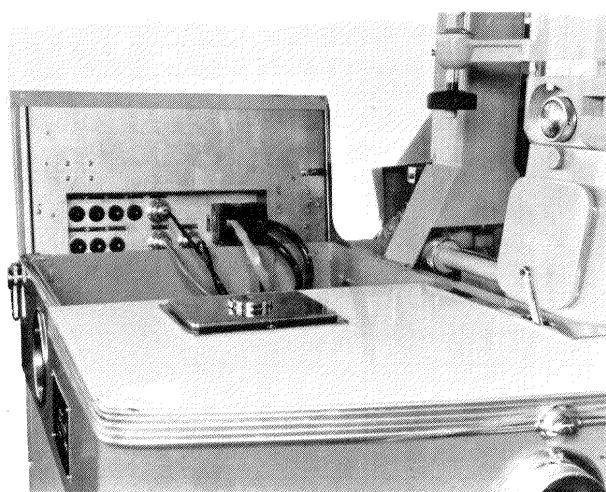




第 9 図 右操作盤と予備排気プッシュボタン



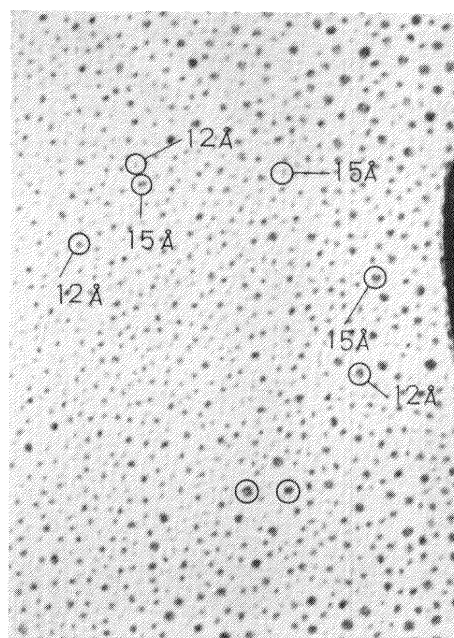
第 10 図 左操作盤と乾板乾燥室



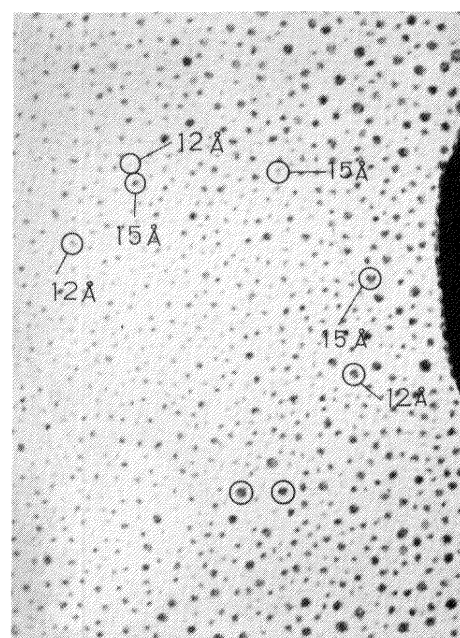
第 11 図 テーブル内部点検の状態



第 12 図 銅-フタロシアニン格子 (12.6 Å)



第 13 図 金の蒸着粒子 400,000 倍



極紫外スペクトルの測定と応用

大 八 木 義 彦* ・ 赤 松 貫 之**

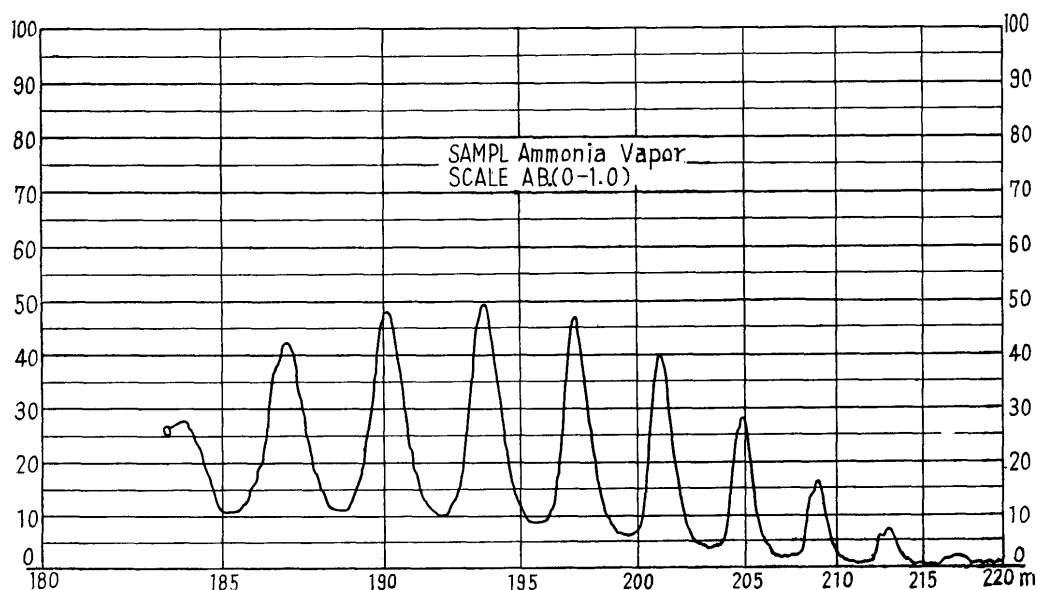
X線の波長領域の上限である約 $100 \text{ \AA}$ のあたりから、普通の紫外線の測定領域の下限である約 $2000 \text{ \AA}$ ($200 \text{ m}\mu$) までの間を、極紫外部 (far ultraviolet region)、と呼ぶ、またその測定方法に関連して、真空紫外部 (Vacuum ultraviolet region) とか、シューマン領域 (Schumann region) ともいわれている。

この領域におけるスペクトルは、発光、吸収のどちらも、その本性は可視部や普通の紫外部のそれと同じく、原子・分子の電子遷移によるものであるから、従来研究されていた $2000 \text{ \AA}$ までの領域におけるデータをさらに充実補足する意味を持っている。可視・紫外部スペクトルを与える電子遷移は、波長が長いことに対応してその遷移のエネルギー差は小さい。したがって基底状態と、最低かまたはその付近の励起状態との間の遷移を示す。これに対して極紫外スペクトルでは、はるかに短波長になるので、原子・分子の一層高い励起状態を示すことになり、次第に短波長の方にたどって行けば、最後には電子が全く離脱してイオン化したり、解離したりするところまで明らかにすることができる。また分子の振動項や回転項における遷移も、このような電子遷移と重なり、合って現われるので、気体のかたちにして分子の極紫外スペクトルを測定すると、非常に美しい微細構造を見せてくれる。

極紫外スペクトルの測定の必要性は早くから認識されていた

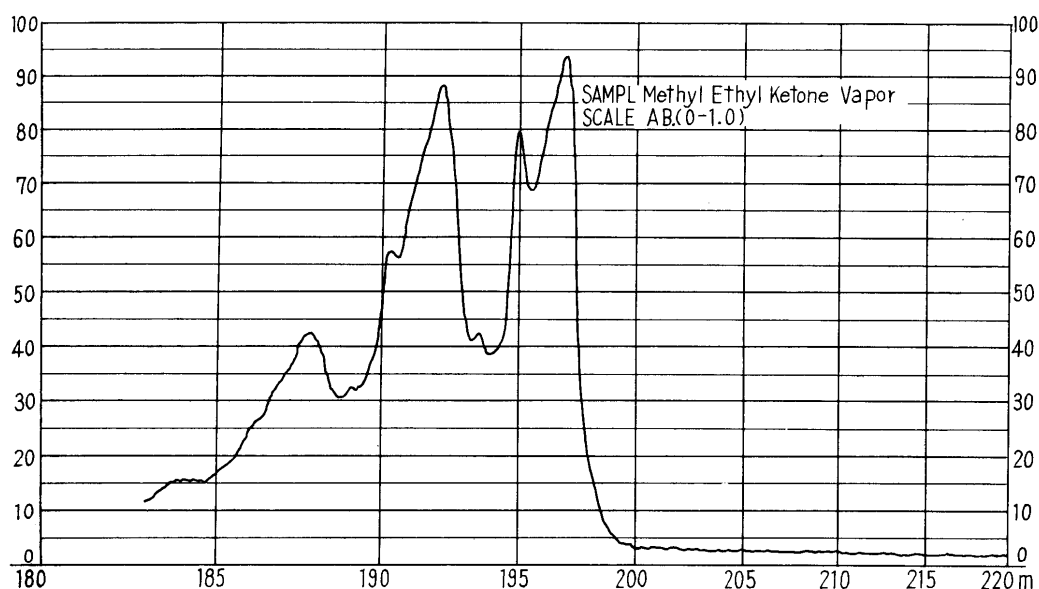
が、従来は主として物理学者の手によって研究が進められて来た。装置はすこぶる大がかりで、ポンペを大形にしたようなものの内に一切の光学系を収容し、全体を真空にして空気中の酸素および水分による吸収を避け、スパークやアークを光源とし、主として回折格子を分散体に、シューマン乾板を受光部において、写真法により $1,200 \text{ \AA} \sim 2,000 \text{ \AA}$ の領域をカバーした。この方法はしかし、一回の測定に長時間を要するばかりでなく、シューマン乾板を自製しなければならぬし、撮影後の乾板の保存が困難であるなどの難点があり、とても化学者が手軽にいろいろな化合物について測定するなどというようなことはできなかった。

近年、可視・紫外部用の分光光度計に特殊な工夫をほどこすことによって、こうした化学者の要求をいくらかでも満たすことができないう試みがなされ、日立からは、EPS-2 U 形として発売されることになった。同装置によって記録されたアンモニアガスの吸収スペクトルおよびジメチルケトン (普通のアセトン) とメチルエチルケトンの蒸気のそれを示すと、第 14, 15, 16 図のようである。アンモニアは可視・紫外部では全く吸収を示さないものであるし、ケトン類はアルコール溶液などで測定すると、 $270 \sim 280 \text{ m}\mu$ に $>C=O$ 基にもとづく強い吸収を持つが、同族列としての特性は示さない。第 15, 16 図の $1950 \text{ \AA}$ の吸収はすべての

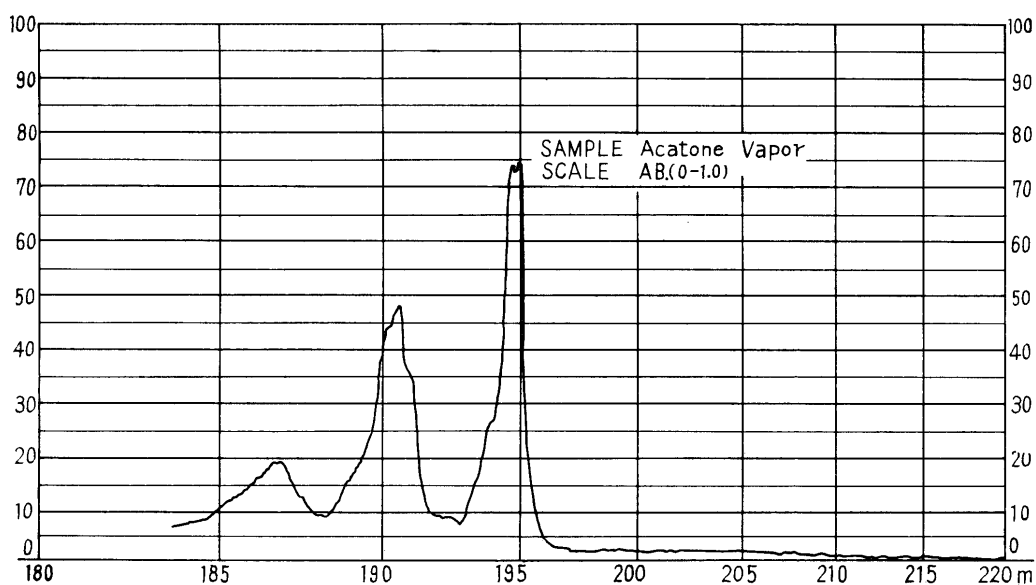


第 14 図 アンモニアガスの吸収スペクトル 縦軸 吸光度 (0~1.00) 横軸 波長 ($\text{m}\mu$)

* 東京教育大学 **日立製作所那珂工場



第 15 図 ジメチルケトン（ガス）の吸収スペクトル たて軸 吸光度 (0~1.00) 横軸 波長 (μm)



第 16 図 メチルエチルケトンの吸収スペクトル たて軸 吸光度 (0~1.00) 横軸 波長 (μm)

ケトンに共通な $>C=O$ 基の吸収であり、同時に振動回転構造による特性吸収がはっきり出ているので、これによってケトンの検出も、同族列の解析もできる。実際に溶解アセチレンのためから出て来るアセチレン中にまじっているアセトンの分析などの報告がある。他にもたとえばオレフィン類はみな $1,800 \text{ Å}$ に、無機ヨウ化物は水溶液で $1,950 \text{ Å}$ と $2,250 \text{ Å}$ に吸収バンドを持つというように、赤外ほど明確、豊富ではないが、特定の原子団に帰属させられる吸収バンドがある。

測定がここまで可能となった鍵は、 $1,750 \text{ Å}$ 付近まで透明な石英材が開発されたこと、装置内の空気を、窒素（または水素希ガスなど）でおきかえ（アメリカでは“Purging”とよぶ）酸素による吸収をなくすこと、窓材として石英を用いた光電子管が開発されたことなどである。試料は蒸気のかたちがよく、溶液はなるべく避けるのがよい。これは励起された準位が高いので電子雲が大き

くなり、近接した他の分子からの影響が大きく、したがって、赤外などと比べ物にならぬほど、溶媒効果がはげしいからである。そのため振動回転構造も全く消えて、幅広の大ざっぱなバンドしか現われない。吸収は一般にすこぶる強い。これを利用して、たとえば O_2 , NH_3 その他いろいろの気体の検出ができる。ガスクロマトグラフィーと結合させれば検出とともに物質の確認ができるから、ガスクロマトグラフィーの最大の弱点を補うことができるのではあるまいか。

なお発光の方でも極紫外部には C, P, S, As などの輝線があるので、それら元素の分光分析に利用できるし、原子吸光分析では、Hg 原子が $1,849 \text{ Å}$ において強い吸収を示すのを利用すれば水銀の分析が可能である。このような方面への応用も、今後次ぎ次ぎに開けていくであろう。

株 式 會 社
日 立 製 作 所

本 社		電 話	電 信 略 号
(新 丸 ビ ル)	東京都千代田区丸の内 1 丁目 4 番地	東京 (212) 1111 (大代)	トウキョウ」ヒ タ チ
(第3大手町ビル)	東京都千代田区大手町 2 丁目 8 番地	東京 (270) 2111 (大代)	トウキョウ」ヒ タ チ
(新大手町ビル)	東京都千代田区大手町 2 丁目 4 番地	東京 (211) 1411 (大代)	トウキョウ」ヒ タ チ

営業所 東京、大阪、福岡、名古屋、札幌、仙台、富山、広島、高松

日 製 産 業 株 式 會 社

本 社	東京都千代田区神田司町 1 丁目 17 番地 (楠本ビル)	電話東京 (201) 8661 (代) 電信略号 トウキョウ」ニツセイサンギョウ
大 阪 営 業 所	大阪市北区梅ヶ枝町 164 番地 (宇治電ビル)	電話大阪 (361) 1241 (大代) 電信略号 オウサカ」ニツセイサンギョウ
名 古 屋 営 業 所	名古屋市中村区広井町 3 丁目 98 番地 (名古屋ビル)	電話名古屋 (55) 7246~8, 7853 電信略号 ナゴヤニシ」ニツセイサンギョウ
九 州 営 業 所	福岡市天神町 58 番地 (天神ビル日立製作所内)	電話福岡 (74) 5831 (大代) (75) 2936 (代) 電信略号 フクオカ」ニツセイサンギョウ
広 島 営 業 所	広島市紙屋町 8 番地 (広電ビル)	電話広島 (2) 4511 (代) 電信略号 ヒロシマ」ヒロニツセイ
仙 台 販 売 所	仙台市東四番丁 51 番地 (日産生命館)	電話仙台 (3) 2324 (5) 1795 電信略号 センダイ」ニツセイサンギョウ
札 幌 販 売 所	札幌市北二条西 4 丁目 1 番地 (三井ビル日立製作所分室内)	電話札幌 (4) 5674 (6) 9426 電信略号 サツボロ」ヒタチキヅケ」ニツセイ
富 山 出 張 所	富山市新桜町35番地の2 (日立製作所分室内)	電話富山 (2) 4526 (代) 電信略号トヤマ」トヤマヒタチキヅケ」 ニツセイサンギョウ
四 国 出 張 所	高松市寿町 1 丁目 4 番地の2 (日立製作所内)	電話高松 (2) 4461 電信略号 タカマツ」ニツセイ