



THE HITACHI

SCIENTIFIC INSTRUMENT NEWS

OCT. 1970
Vol.13 No.3

電子顕微鏡特集

HU-12形 日立電子顕微鏡の応用面から見た特長

*赤堀 宏 *窪添守起 卯月隆夫*



図1 HU-12形 日立電子顕微鏡

HU-12形 日立電子顕微鏡の分解能安定性については、Vol.13 No.1にその一例を述べたが、装置のもつ性能を十分に発揮させるためには、像観察操作が容易でなければならない。調整操作が複雑なものは必ずどこかに手落ちがあり、せっかく撮影した写真にも不満が残るものである。本号では、HU-12の設計要点の一つ「高度の要求も単純な操作で」がどのように実現されているかを実例に基づいて幾つかの操作例を引いて述べることにする。図1にHU-12の操作盤を示す。

応用面から見たHU-12形 日立電子顕微鏡は次のとおりである。

目次

- HU-12形 日立電子顕微鏡の応用面からみた特徴
……赤堀 宏，窪添守起，卯月隆夫…… 1
- 昆虫の触角の微細構造……安澄権八郎…… 6
- アルミニウム合金の研究に対する200kV電子顕微鏡の効果……渡辺良雄，棚井 悟…… 7
- HSM-2形 日立走査電子顕微鏡
……藤安辰雄，柿沼行雄，山田満彦…… 8
- X線マイクロアナライザによる波長シフトの測定（その1）……丸野重雄，藤井末男…… 13

(1) 観察目的に応じたレンズファンクション切換えができる

図2にファンクション切換えの実例を示す。写真の右上にある5個の押しボタンが観察目的によりレンズの組合せを切換えるスイッチである。先ず「SCAN」を押すと写真の(A)のようなメッシュ像が現れる。蛍光板上で250倍であるから、試料上で直径約0.8mmの部分拡大像として観察できる。

「SCAN」はメッシュ上の目標視野を探すためのもので、撮影は目的としていない。目標の視野が決まったら、これを蛍光スクリーンの中心に置き、「ZOOM」のボタンを押せば(B)のような拡大像が現れる。倍率は「MAGNIFICATION」の大きいダイヤルを回すことによって35段階に変換できる。もし、制限視野電子回折を行いたいときは、目標の試料(例えば、円で囲んだ資料)を制限視野絞りで囲み「SELECT AREA」ボタンを押すと、制限視野絞りに中間レンズの焦点が合った時の倍率が得られる(C)。この焦点合せの微調節は「MAGNIFICATION」ダイヤルの小さい方のツマミで行なう。制限視野像の倍率は「ZOOM」の場合と同様大きいほうのダイヤルで20段階に変換できるから、望みの倍率にして絞りに焦点を合せ、同時にワブラを動かして対物レンズで拡大像の焦点を合せる。また、「DIFF」のボタンを押せば(D)のような回折像が得られ、このときが最も回り込みの少ない回折像となる。カメラ長が短かすぎて回折点の間隔が小さいときは、「CAMERA LENGTH」の大きい方のツマミを回せば10段階にカメラ長を変えることができる(E)。回折スポットが最小になるように観察ルーペで拡大しながらカメラ長変換ダイヤルの小さいほうのツマミを回して合せる。「BRIGHTNESS」のツマミを調節して電子線を平行光線に近づけると分解能の良い鮮鋭な回折が得られる。制限視野拡大像を撮影するとフィルム上に撮影条件が記録される。

レンズファンクション切換えボタンの「FREE」を押すとレンズ間の連動を解除し、各レンズは単独に電流変換を行うことができる。

これらの切換えは、目的のボタンを押せばいずれの状態からでも任意に切換えることができる。

(2) ワブラの働きて容易に正焦点が得られる

拡大像の焦点合せは、ワブラを使うことによって容易に正焦点が得られる。

ワブラの原理

ワブラの原理は、試料へ入射する電子線の入射角を故意に大きくして焦点深度を浅くしてやることにある。図3にワブラの原理を示す。対物試料面の物体をOPとして、焦点距離 f_0 のとき中間レンズの物面に対物レンズによる像QO'が結像されるとすると、電子線を光軸に対して $\pm\alpha$ 傾けた場合でも f_0 が正焦点であればQO'に像は結

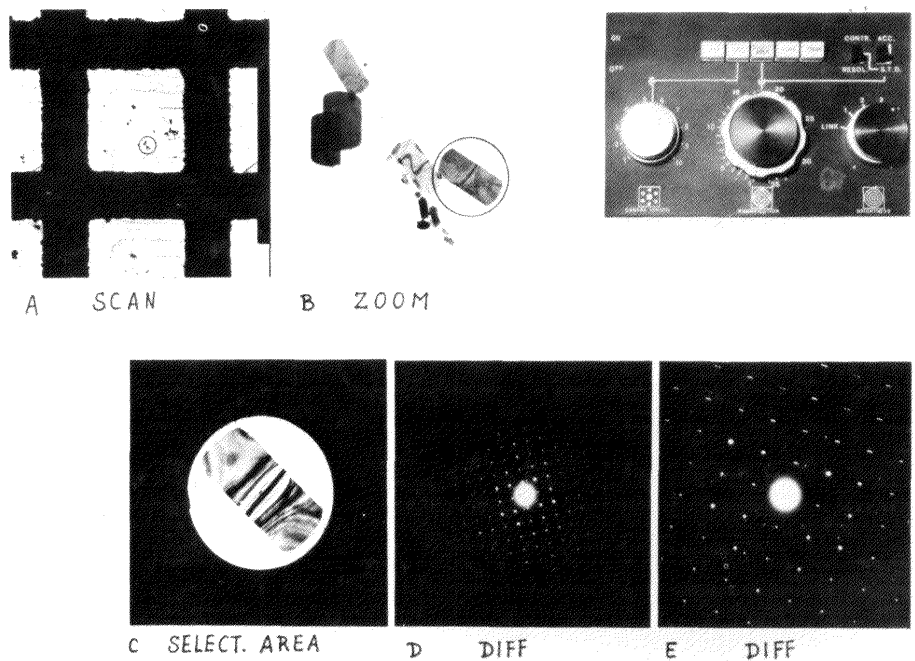


図2 レンズモードの切換例

ばれる。今、 Δf_0 だけ過焦点になった場合を考えると、OPはQ'O'に像を結び、中間レンズの物面での像は、 $+\alpha$ のときはcdに、 $-\alpha$ のときはc'd'に像が移動することになる。この像の移動距離 l は、

$$\begin{aligned} l &= 2 \cdot \alpha \cdot a_0 \cdot \frac{\Delta b_0}{b_0 - \Delta b_0} \\ &= 2 \cdot \alpha \cdot a_0 \cdot \frac{\Delta b_0}{b_0} \quad \because \Delta b_0 \ll b_0 \\ &= 2 \cdot \alpha \cdot \frac{a_0 \cdot b_0}{f_0^2} \cdot \Delta f_0 \quad \because \Delta b_0 = \frac{b_0^2}{f_0^2} \cdot \Delta f_0 \\ &= 2 \cdot M_0 \cdot \alpha \cdot \Delta f_0 \quad \because a_0 \approx f_0 \\ &\quad \because M_0 = \frac{b_0}{a_0} \end{aligned}$$

蛍光スクリーン上での像の移動量 L は、中間レンズの倍率 M_f と投射レンズの倍率 M_p が加わるから、

$$\begin{aligned} L &= l \cdot M_f \cdot M_p \\ &= 2 \cdot M_f \cdot \alpha \cdot \Delta f_0 \end{aligned}$$

となる。ここで M_f は電子顕微鏡の総合倍率である。したがって、 L が0になるように焦点を合せれば、 Δf_0 が0、すなわち正焦点になる。

HU-12のワブラは軸調整用偏向装置に交流を重畳し、電子線の入射角 α を変化させている。変化量は 0° から $\pm 1.5^\circ$ まで自由に選べるから、試料の種類や倍率によって最も適した α を求めることができる。また、試料に方向性がある場合を考えて、振れ方向を 90° 切換えられるようになっている。

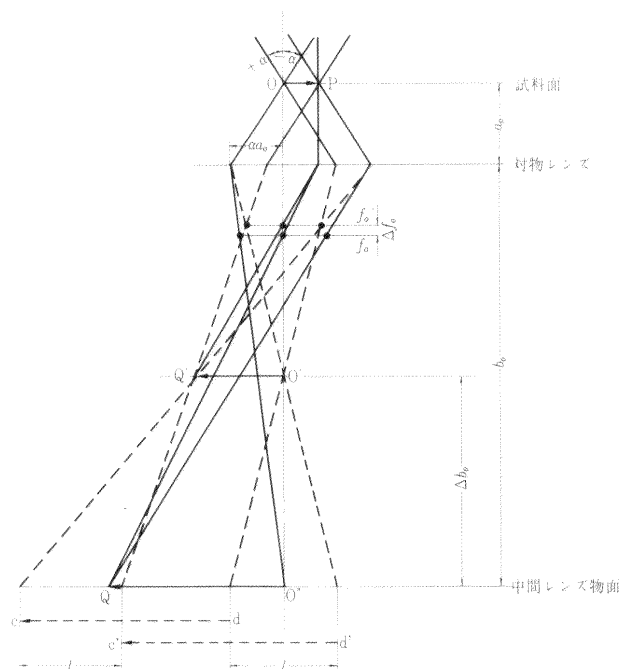


図3 ワブラの原理

一般に蛍光スクリーン上での電顕像は不足焦点のときが最も鮮明に見える。ところが、フィルム上にとらえられたこの不足焦点像は、印画紙に拡大引伸しをすると明かにボケた像となり解像度が低下している。この現象は生物切片試料のようなコントラストの不十分な試料において著しい。図4は正焦点位置より 2μ 不足焦点の写真で、一見極めて美しい写真に見えるが、この写真の一部を拡大してみると微細構造はまことに不鮮明である。図5は正焦点に近い写真で、コントラストが低下し一見ピンボケに見えるが、その一部を拡大してみると微細構造は鮮明に現れている。

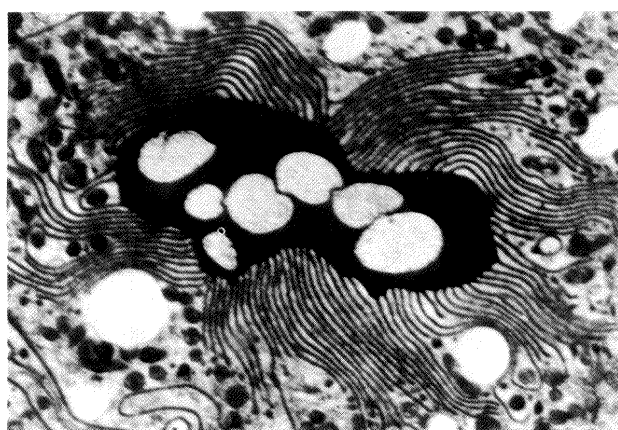


図6 ワブリング像(-1μ 不足焦点)

HU-12のワブラは、わずかな焦点のズレを拡大することにより容易に正焦点位置が求められるようになっていいるから、特に焦点深度の大きい低倍率においてその効果が顕著となる。図6は図4 (-2μ 不足焦点)の状態ではワブラを働かせたもので、像は大きくボケて見える。このボケが肉眼でわからないように焦点を合せれば正焦点になる。

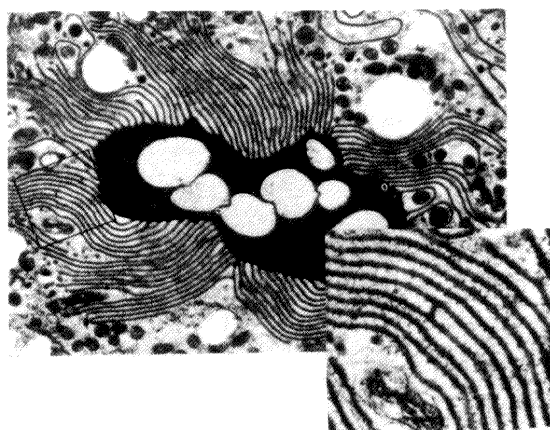


図4 -2μ 不足焦点像

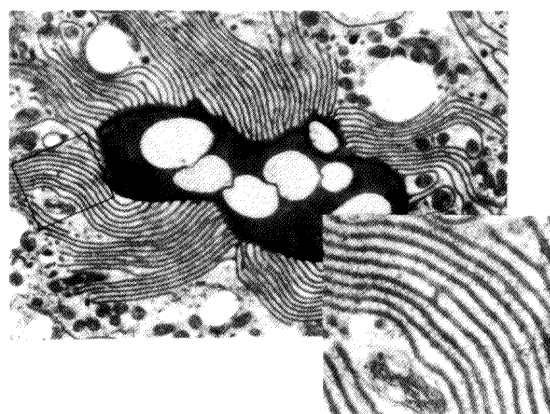


図5 $-1000\text{\AA}$ 不足焦点像 試料名、げんごろうの触角神経
試料提供者、奈良医科大学安澄教授

生物切片試料の場合、実際には $500\text{\AA}$ ないし $1,000\text{\AA}$ 程度不足焦点にしたほうが解像度を低下させずにコントラストの良い写真となる。図5は $1,000\text{\AA}$ 不足焦点にした場合である。不足焦点にする程度は試料の状態や撮影倍率によっても異なるので、最もよい写真を得ようと思う場合は、わずかなずつ焦点を変えて撮影するいわゆるスルーホーカスが効果を表す。HU-12の焦点合せは4段階あり、全部ステップ変換である。最も細かいステップは1ノッチが $50\text{\AA}$ 、次いで $500\text{\AA}$ 、 $5000\text{\AA}$ 、 5μ の4段階があり、各段はそれぞれ22ノッチあるから、ワブラと併用すれば、容易に希望の焦点位置を求めることができる。

(3)ZOOM倍率変換ができる

ZOOM倍率変換の効果は、従来の電顕の倍率変換を経験された方にはよく理解していただけたと思う。電顕の倍率変換は主として中間レンズで行うが、このことは中間レンズの物面の位置を変えること、すなわち、対物レンズの結像面の変化となる。対物レンズに対して試料の位置は一定であるから、焦点距離 f_o を変えなければ対物レンズの結像面の位置は変わらずピンボケとなるわけで、このことが倍率変換に応じて対物レンズの電流を調節し焦点を合わせる操作につながっている。HU-12では、倍率を変化させるレンズとして、中間レンズのほかに、第1投射レンズ、第2投射レンズの3つのレンズを対物レンズでの焦点変化量が最小になるように組合せ、さらに倍率変化に応じて対物レンズの励磁電流も焦点位置にあうように補正して、広範囲に倍率を変化させてもほぼ焦点の合っている状態、すなわち対物レンズの焦点深度内に試料があるような制御回路方式をとっている。また、

HU-12は、対物レンズ以下のレンズの組合せによって像の回転も補正することができるので、観察している視野の方向がそのまま拡大され、目標の視野を追うのに全く疲労を感じない利点も得られる。

図7は「SCAN」から「ZOOM」に切換え、視野中心、試料の方向および焦点がほとんど変わらずに倍率変換ができることを示したものである。焦点ははじめワブラにより6,000倍において合せ、そのまま倍率を変換させて撮影した。4,000倍と6,000倍の間で中間レンズが縮小系から拡大系に変わるので、像の方向が180°回転している。

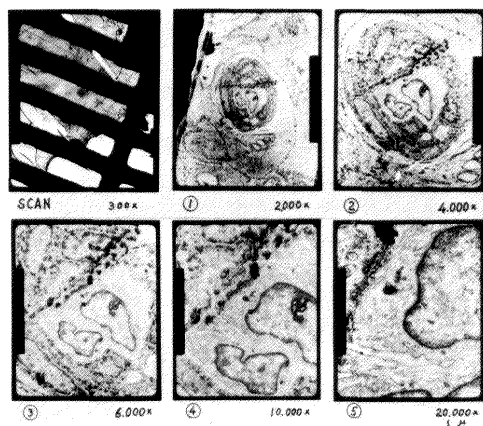


図7 200M倍率変換の効果

(4) 4段レンズ系で周辺ボケが少ない

周辺ボケを少なくできることも4段レンズ系の一つの特長である。3段拡大レンズ系で低倍率写真を撮影した場合、写真の中心部と外周部とに焦点の差が生ずる現象がある。これは中間レンズの球面収差によるもので、像面のわん曲が原因であるが、特に中間レンズで大幅に倍率を変換させるレンズ構成の電顕に著しい。

図8は周辺ボケの一例で、中心付近はむしろ不足焦点であるにもかかわらず周辺は過焦点になっている。このような電顕で厚目の生物切片を撮影すると、周辺が流れたような写真になる。4段拡大レンズ系の場合、中間レンズ倍率変換領域を小さくしても、次の第1投射、第2投射レンズで拡大が可能であるから、中間レンズを球面収差の小さい強励磁長焦点レンズとして設計できるので、低倍率においても周辺ボケをほとんどなくすることができる。

図9は3段レンズ系の場合、図10は4段レンズ系の場合で、両方とも撮影倍率5,000倍の写真であるが、拡大してみると両方の写真の差がはっきりわかる。



図9 周辺ボケのある例(3段レンズ系)

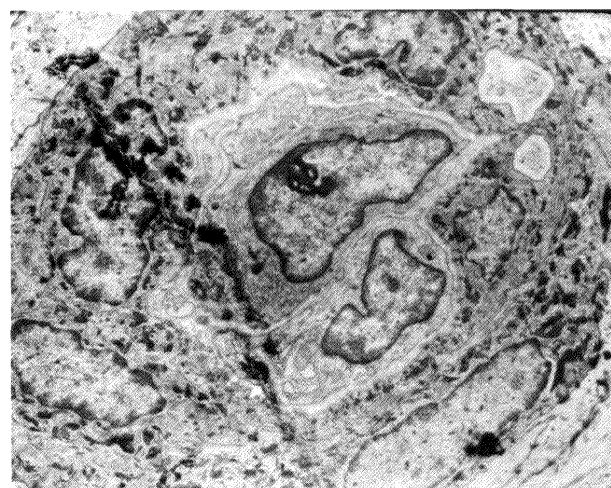
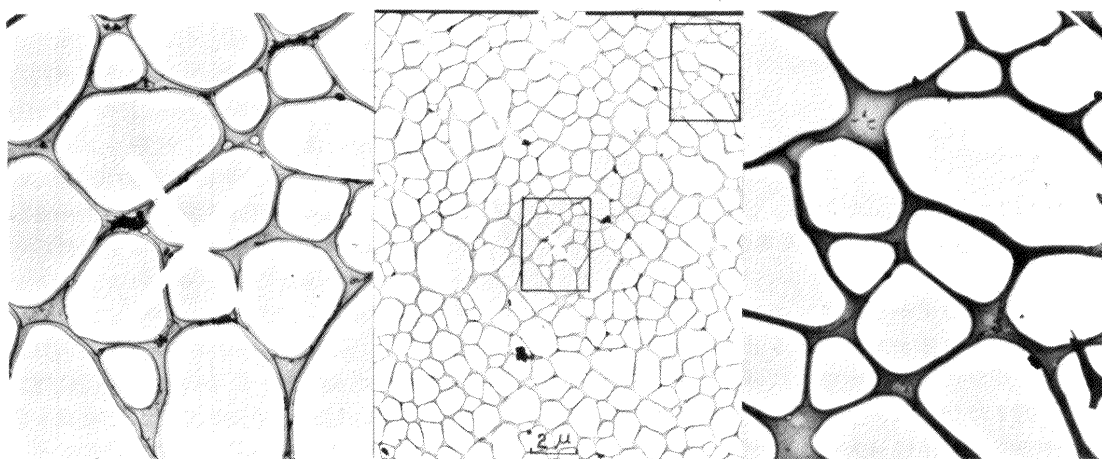


図10 周辺ボケの補償例(4段レンズ系)



(1)中心部 $f_o = -5\mu$ (2)全視野 (3)周辺部 $f_o = +20\mu$

図8 像わん曲による中心と外周の焦点の差の例

(5) 試料回転で任意の構図が得られる

試料回転は好みの構図を作るうえにも極めて効果がある。写真を撮影する場合、フィルムのサイズの制限から視野の一部がはみ出してしまい、さりとて倍率を変えないということをししばしば経験する。このときフィルムのサイズに合せて試料を回転させれば無事収まる場合が多いので、HU-12には像を観察しながら試料を回転できるような機構をつけてある。図11は「SCAN」像を回転した例で、回転中心が試料微動範囲の中心であるから、試料微動機構の中心位置確認あるいは視野探しにも利用できる。

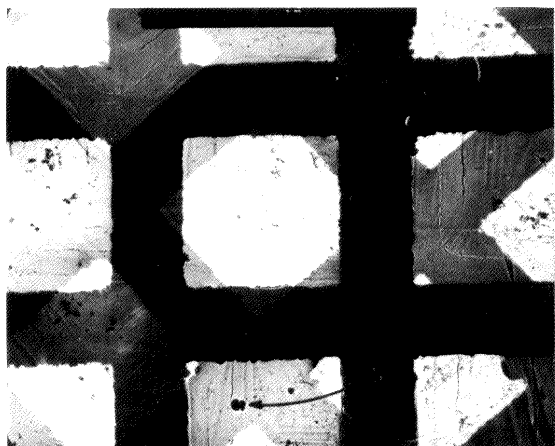


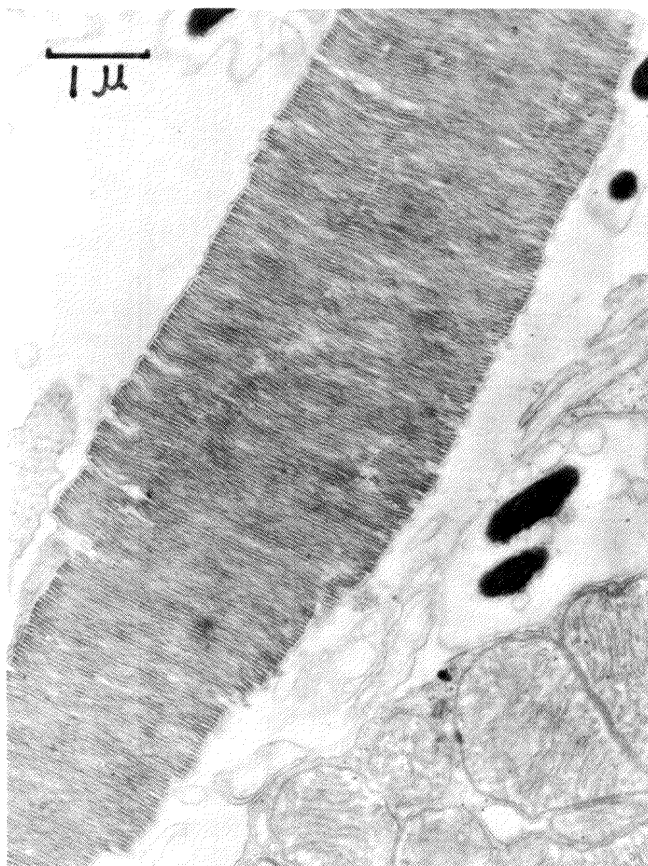
図11 試料回転

(6) 暗視野像観察ができる。

明視野↔暗視野切換え観察装置によって新しい観察法を開拓できる可能性がある。暗視野像観察は主として結晶試料中の特定な回折スポットに限定して拡大像を結ばせる方法で、結晶の性質を解明することに応用されてきたが、非晶質試料に金属塩を吸着させて吸着した金属の回折電子線による暗視野像を見ることにより、非晶質試料のその金属塩に対する化学的性質が解明できる。この方法を生物試料に応用すれば超薄切片を染色するのに従来のように重金属だけに頼る必要がなく、もっと分子量（あるいは原子量）の小さい金属で浸透性、染色性の良いものを選び、暗視野像によってコントラストを増加させることが可能となるから、染色に伴う試料の微細構造の変化や電子線照射による試料の損傷を小さくして、微細構造の観察ができる。図12は酢酸ウラン染色をした生物切片について、ウランの回折リングを使って像を結ばせた暗視野写真である。暗視野像観察はブラック条件を満たした回折電子線によるものであるから、分解能の低下が軽減され、また、ウランのような重金属の必要がないから、今後染色用金属塩の開拓によって新しい知見が得られるものと期待している。

以上のほか、フィルム上に撮影条件が自動記録されるので連続暗室作業にも疲労が軽減され、また、多量に撮影されたフィルムの整理も速かにできるので極めて能率的である。

第2 試料室の用途については稿を改めて述べる。



明 視 野



暗 視 野

図12 フナの網膜の視細胞(試料提供者、金沢大学医学部本陣教授)

昆虫の触角の微細構造

(HU-12形 日立電子顕微鏡による生物試料の撮影)

安澄権八郎*

最近電子顕微鏡の生物学および医学的应用は、形態学のみならず生化学および生理学の部門においても盛んであり、これによる裏付けなくしては、成果の信頼性を得ることができない時代となりつつある。臨床医学の検査も光学顕微鏡的検鏡のみでは満足できなくなり、電子顕微鏡によつて的確な診断の証拠を得るよう努力されている。こう



安澄権八郎*

した臨床医学者の努力の結果が他国に率先して日本において始めて日本臨床電子顕微鏡学会の誕生を見たのである。この学会は創立2年後において1,400名の会員の参加を得て活発に活動しつつあり、この方面の電子顕微鏡の応用は今後ますます盛んになるであろう。

ここに紹介する研究はアメリカの生理学者と日本の解剖学者との協同作業の一端である。

Department of Zoology, University of Michigan, Ann Arbor, MichiganのDr.G.Jelly and Dr.F.Yasuzumi と本研究室の山口防人らは協同して昆虫の触角の研究に取り組んでいる。

(1)実験材料と実験方法

Michigan湖に棲む昆虫の一種ゲンゴロウの触角を3.5% glutaraldehyde で1時間固定し、次いで充分水洗した後、1% osmium tetroxide で1時間固定した。各固定液は Sørensen's phosphate buffer でpH7.2に緩衝し、そのときの固定温度は4℃であった。常規の方法によつて epoxy resin に包埋したものを超ミクロトームで切片を作製し、Reynolds 法に従つて二重染色を施したものを HU-12形 日立電子顕微鏡で観察撮影した。

(2)実験成績

昆虫の触角は一種の感覚器官であつて、その主要な部分である感覚細胞の機能は、刺激を興奮に変形してこれを神経系に伝える。感覚細胞の集団には、いろいろの補助装置が加わつて複雑な構造を示し、特定の刺激のみを受容できるように分化している。

ゲンゴロウの触角には感覚細胞のほかに、次の3種の細胞 trichogen cell, tormogen cell, glial cell が集つて epidermal cell complex を形成している。生理学的実験によると、感覚細胞が4種類区分されるので、これを電子顕微鏡でとらえんとするのが本研究の目的であつて、触角を種々な角度での切片として観察中である。

ここにはその一例を示す。図1は7本の神経線維のたばが均質な物質中に包埋され、その周辺を密度の大きいキチン質膜が包圍しているもので、その外側にはさらに厚さ約250Åの膜状物質がひだ状にはば平行に配列して密生している。

このひだ状物質の構造を見るため図1のわく内を拡大してみると図2のように2枚のUnit Membraneによつて構成されていることが明りょうに見られる。このUnit Membraneは厚さ20~25Åの密度の大きい2枚の膜にはさまれた厚さ約30Åの密度の小さい物質より成るいわゆるDouble Membrane構造をなし、全体の厚さは70~80Åである。

従来このような微細構造を明りょうな写真として観察するには撮影倍率として数万倍が必要とされていた。例えば、図1のような写真は以前は6~8枚に分割して撮影されていたが、最近、電子顕微鏡の性能が向上し、特に低倍率における解像度の向上と焦点合せ装置(イメージ・ワブラ)の併用によつて低倍率での正焦点撮影が容易になったので、直接高倍率撮影の必要がなくなったのは一つの進歩である。

図2は図1のわく内を光学的に引伸したもので、広い視野が常に適正な焦点で撮影できれば、必要な部分を光学的に引伸することにより充分解像度のよい写真が得られることになり、時間的にも経済的にも有利である。また、低倍率であれば強い電子線照射の必要がないので、特に生物試料の場合には試料変化の心配がなくなり、一層効果的であろう。

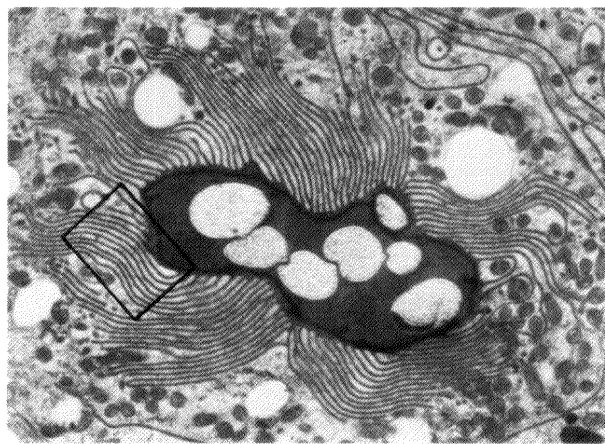


図1 ゲンゴロウの触角神経線維
加速電圧: 100kV, 撮影倍率×10,000=



図2 ひだ状構造の拡大写真

* 奈良医科大学・解剖学教室

アルミニウム合金の研究に対する 200kV電子顕微鏡の効果

渡辺 良雄* 棚 井 悟*

金属組織の研究の一手段として、電子顕微鏡による直接観察は試料の内部構造の情報を得るのに重要な役割を果たしてきた。

一般の金属材料を電子顕微鏡で研究する過程において、試料を薄膜にすることによってバルク組織と異なる現象を見る可能性がある。このため、より厚い試料を観察しなければならず、そのために500～1,000kVの電子顕微鏡が開発され実用化されているが、500kV以上のいわゆる超高压電顕は価格や設備、取扱いなどの点で一般金属研究者向きとはいえない。しかし、アルミニウム合金の組織を研究しているわれわれは種々の点で加速電圧の高圧化の有効性を高く評価し、100kV電子顕微鏡と同程度の取扱いで利用できる高圧電子顕微鏡の出現を切望してきた。幸い日立で昭和39年に要望にかなう200kV電顕の開発に成功したとき早速調査した結果、アルミニウム合金の組織の観察に幾多の有効な点を確認することができた。現在、当研究所では日立のHU-200E形電子顕微鏡を使用しているが、これで撮影した二三の写真を紹介し、使用の感想などを述べてみたい。

実用金属試料より検鏡試料を作製するには、ごく一般的な電解研摩法により薄膜化し、その薄片試料の潤、または穴の潤などを観察するわけであるが、観察する薄膜の部分は内部に入るにしたがって厚く、いわゆるクサビ状になっている。このような状態の試料に対して、加速電圧が100kVから200kVになると、透過力はたかだか1.6倍であるが、観察可能視野面積は数10倍に拡大されるので情報源が多くなる。一方、200kVでは、試料による電子線のエネルギー損失によって起る色収差も少なくなり、像がシャープになる。視野の明るさの点でも、100kVで2～3万倍でやっとピント合せができた試料でも200kVでは10万倍にしてもピント合せは容易である。

次に実例として、200kVで撮影した写真を示そう。

図1はAl-25%Ag合金の γ 相の析出物を観察したもので、この写真の要点は膜の厚み方向に析出した平行な板状析出物の重なり具合が観察できることである。100kVでは試料の結晶方位にもよるがこのような観察は不可能であった。

図2はAl-Mg₂Si合金の時効初期過程^{ひずみ}の歪模様である。時効析出処理は最大硬度付近の条件のものである。このようなG P帯の観察は回折コントラストを利用しなければならず、ブラッグ条件を充分満足するように傾斜装置で試料を傾けなければ歪模様の観察はできない。また電子線が干渉性のよいもの（加速電圧などが安定しておりGunの設計がよいもの）でなければならない。つまり、良質な電子線の透過能力を利用するわけである。

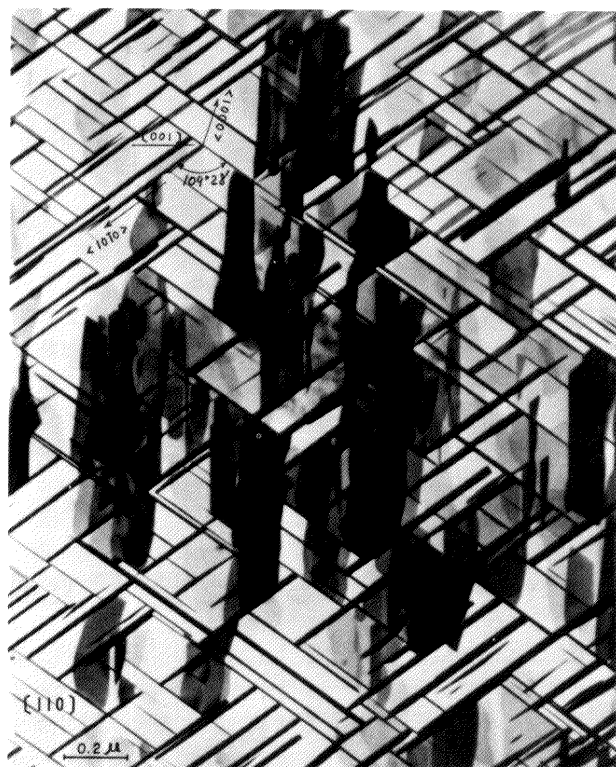


図1 Al-25%Ag合金の γ 相析出物
析出処理 300°C 10min
加速電圧 200kV
撮影倍率 $\times 30,000$
HK-2B 傾斜装置使用

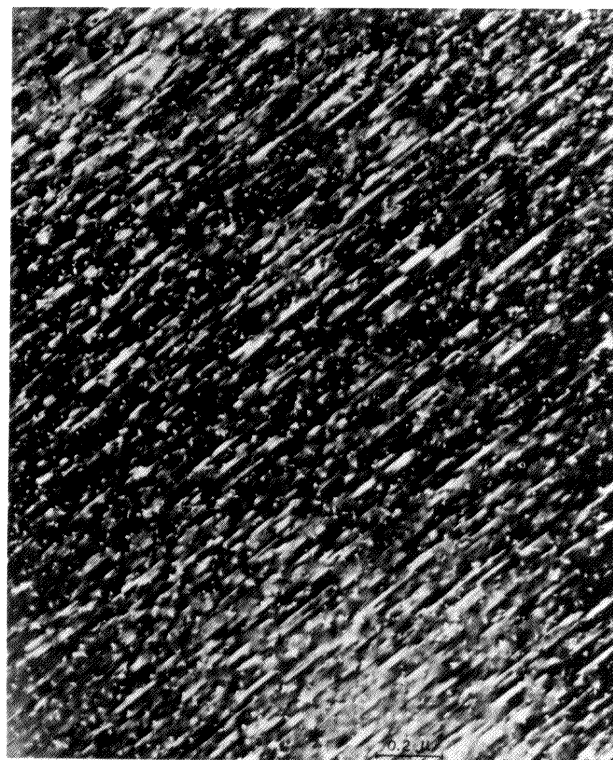


図2 Al-Mg₂Si合金の時効による歪(ひずみ)模様
析出処理 160°C 24h
(最大硬度の時効処理)
加速電圧 200kV
撮影倍率 $\times 30,000$
HK-2B 傾斜装置使用

図3は図2の試料を一層高い温度で時効析出処理を行ったもので析出はさらに進んでいる。析出物がなわ状になっているが、これは試料中を電子線が通過する場合の干渉模様である。地のアルミニウムに対しての針状析出物が一定の角度で分布しているとすれば、なわ状の節の数の多いほど厚い試料ということになる。この場合の膜厚は約 0.45μ である。この写真の様相は500kVで撮影したものに匹敵している。

以上、アルミニウム合金材料の析出物について述べたが、写真のみで200kV電顕の効果を示すことはむずかしい。実際に使用してみると100kVより200kVの像から得られる情報の多いことは容易に経験することである。われわれは過去10年間100kV電顕を使用して多くの成果を得たが、200kV電顕を使用した結果は透過能の向上効果が得られたばかりでなく、電子線偏向装置、試料加熱のできる傾斜装置を併用することによりさらに多くの新知見を得つつある。

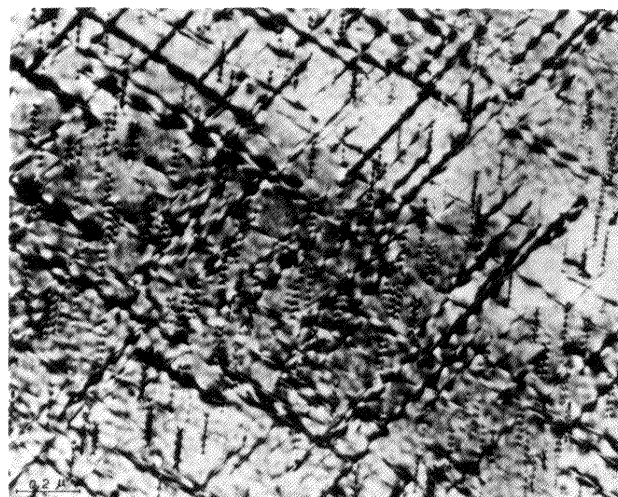


図3 Al-Mg-Si合金の時効析出物の
消費模様(厚さ 約 $4.470\text{\AA}$)
加速電圧 200kV
撮影倍率 $\times 30,000$
HK-2B 傾斜装置使用

HSM-2形 日立高性能走査電子顕微鏡

藤安辰雄* 柿沼行雄* 山田満彦*

1. 緒言

走査電子顕微鏡(以下SEMという)の出現は端的に言えば表面形態観察手段の革命であったといえる。それまでは2,000倍程度以上の表面像を観察する手段は透過形の電子顕微鏡によるレプリカ法以外にはなく、レプリカ技術の発達した今日でも凹凸(おうとつ)の激しい試料ではその忠実度に難があり、なお隔靴搔痒の感は免れなかった。

これに対し、SEMは単に高い倍率の表面観察が直接にできるばかりでなく、低倍率像の観察も極めて容易にでき、その焦点深度が深いという特性を利用して非常に鮮明なSTEREO観察も可能である。SEMの本質的な特長は単にそれだけにとどまるものでなく、その像形成手段にこそある。すなわち、SEMは透過形電子顕微鏡のように結像過程で電子レンズ系を必要とせず、全く電氣的にその情報を処理し表示できることである。したがって、電子ビームが試料に照射されたことにより二次的に得られる情報はすべてSEMで取扱われることになり(例えば、反射、吸収、透過電子線、X線、蛍光など)、一試料についてあらゆる角度より検討分析で

*日立製作所・那珂工場

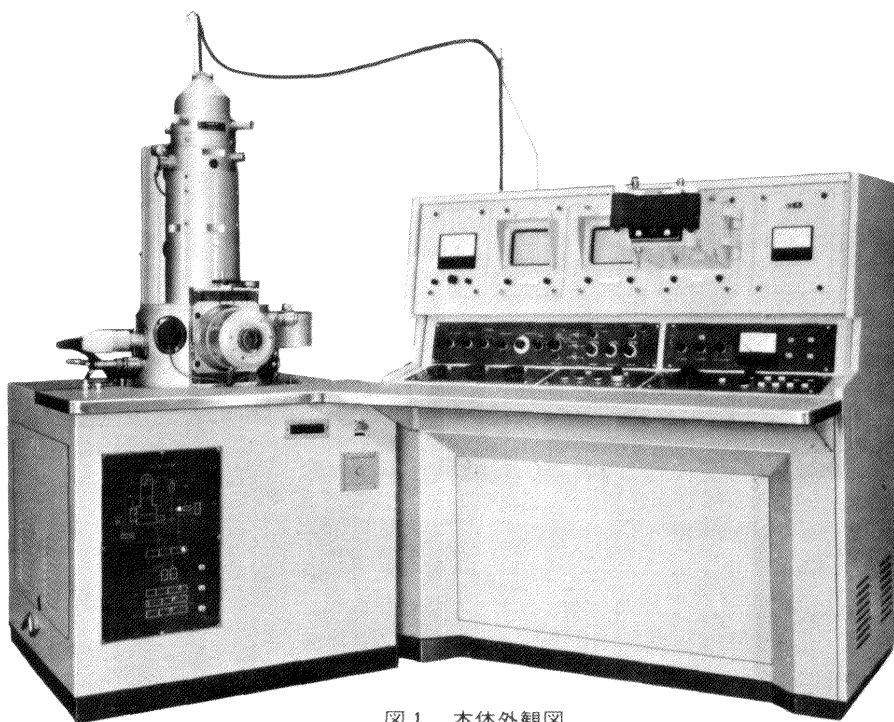


図1 本体外観図

きるといふ多機能性を兼ね備えている。HSM-2形日立SEMはこの装置としての特長を最大限に生かすべく設計されたものである。以下に本装置の概要と二、三の応用例について述べる。また、本装置は、ローランド円半径125mmの直進形X線分光器を取付けることにより、試料の成分元素分析も可能である。

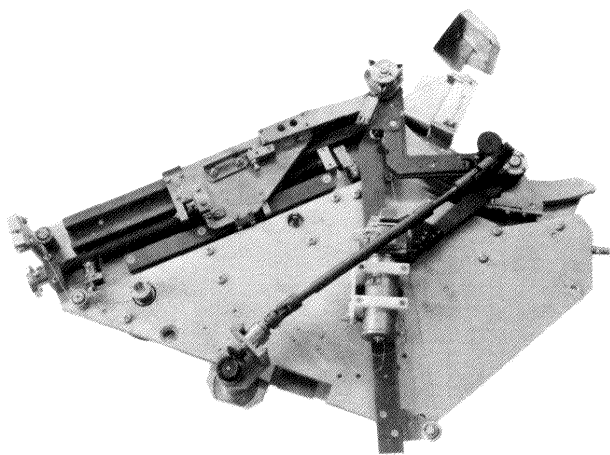


図2 X線分光器

2.1 電子光学系

SEMの分解能は試料面上に照射される電子ビームの直径で決められ、直径が小さいほど高分解能が期待できる。そのためには縮少率の高い電子光学系が必要とされ、その値は最高1:2500~1:3000である。しかし、試料への入射電子線量は縮少率に対し指数函数的に減ずるので、高輝度の電子線源が要求され、電子銃の構造にもその対策が必要とされる。HSM-2形 SEMの電子銃は、フィラメントおよびアノードがウェーネルトに対して真空外より単独に調整でき、フィラメントからのビームの軸上輝度を最良の状態におくことができる。また、フィラメントの設定は、HU-11E形 電子顕微鏡で使用されているプリセンタード・フィラメントが使用され、その交換も極めて容易である。この点、従来のフィラメントをウェーネルトが一体とされている構造のものでは、最初設定したフィラメントからの電子線の放射中心が使用中に熱的理由により狂ってしまう可能性があり、常に最高輝度の状態で使用できるという保障は得られない。

また、HSM-2形 HSMでは、高い縮少率が容易に得られるように縮少レンズ段数は3段になっている。このため、HSM-2形 は縮少段数の少ない電子光学系に比べて電子線源から試料面までの距離が短く、外部からの電氣的、磁氣的障害を軽減できる効果もあり、機械的振動に対する影響も少なくすむ。

SEMで良好な画質の写真を確率よく撮影しようとするには単にビームスポットの径を小さくするだけでなく、上記のような外部要因に対する対策も重要である。像障害の原因は、このほか拡散電子のメインスポットへの影響も無視できない。この拡散が多い電子光学系ではクリアスポットは得られない。3段縮少レンズ系は2段縮少系に比べて拡散防止上からも極めて有効であり、本質的な効果が得られる。このため、3段縮少レンズ系では電子線通路に種々の拡散防止用の絞り等を入れたり、収束レンズ部に穴径の小さい回定絞り類を使用する必要がないので保守のうえからも極めて効果的である。

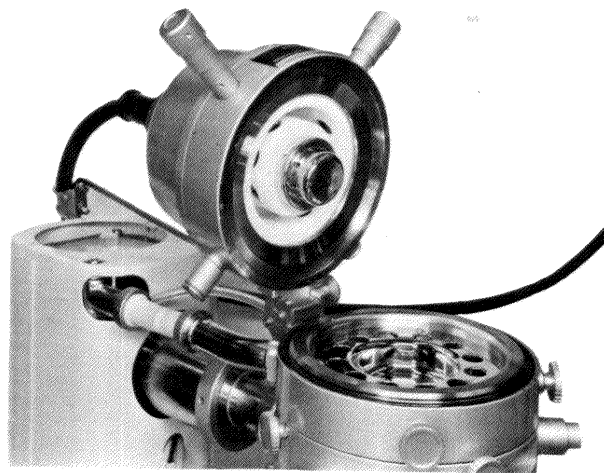


図3 電子銃の内部

2.2 試料微動

SEMの画質を決定する要因は、(1)分解能、(2)焦点深度、(3)信号のS/N比、(4)照明効果(コントラスト)である。このうちの照明効果を決定する重要な要素に試料微動装置の機能性があげられる。SEM像を解釈する場合、入射電子線が観察者の眼の位置、試料から放射される二次電子を検出する検出器の位置が照明ランプの位置と考えればよい。したがって、SEMの画像における照明効果は、試料に対する電子線源と二次電子検出器の相互位置関係によって決定されることになる。そのため、照明効果をより効果的にするには、試料微動装置の機能として、単に水平方向の移動ばかりでなく、試料の回転、傾斜および上下移動等の機能がプラスされなければならない。

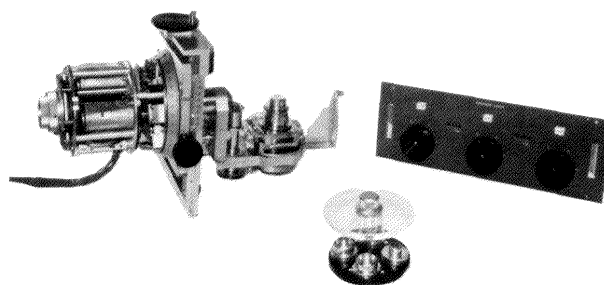


図4 試料微動装置

(A)試料微動部 (B)コントロール部 (C)試料台

HSM-2の試料微動装置〔図4(A)〕はこのような観点から設計されたもので、X・Y軸方向の水平移動のほかに、回転および傾斜ならびに上下動が可能である。HSM-2の水平移動および回転はモートルによるリモートコントロールになっているので、操作者はスクリーンの方を向いたままで操作できる。

また、回転軸および傾斜軸は試料を水平方向に移動しても光軸よりズレない構造になっている。特に試料回転軸は1,000倍以下の倍率であれば先に観察した画像を180°異なった方向から観察することも可能である。この回転動作を傾斜動作と併用すれば、従来のステレオ写真に加えてその視野の90°(あるいは180°)方向を変えた位置

でのステレオ観察も可能になり、試料の形態をより一層忠実に観測できる。この機能は凹凸の激しい試料に一層の効果をもたらし、より臨場感を増すことができる。この種の情報を得るためには、回転軸と傾斜軸が合致していることが不可欠である。〔図4(B)〕

HSM-2には、さらに電子線ビームをX、Y方向に $\pm 12\mu$ 移動させられる電気的な視野微動装置を設けて特に高い倍率において生ずる機械的な微動精度上の制約を補っている。この試料微動装置には試料上へのビーム照射位置監視装置が設けられており、大きな試料面上のどの部分を観察しているかを判断できるようになっている。また、試料予備排気室には4個の試料が同時に装てできるので能率よく試料交換ができる〔図4(C)〕。

2.3 電気的モード

HSM-2では通常の像観察以外に多くの情報を得易くするため種々の電気的モードが設けられている。以下に主なものについてその用途を記述する。

(1)ラインアナリシス（線分析）モード

像上のコントラストの強度分布を表示するためのモードである。試料の平均原子番号効果によるコントラストの差を明らかに表示したい場合、あるいは半導体関係の試料で電位分布の観察、さらには少数キャリアの平均寿命を測定したりするのに有効である。

(2)ラインセットモード

線分析を行う場合、像上のどの部分の強度分布を測定するかによって試料に照射されている電子線ビームの走査位置を希望の場所に移動しなければならない、このラインセットモードは同時に垂直方向の走査が手動できるので平常のモードの像を観察しながら容易に希望の位置を選択、設定することができる。

(3)オブリックモード

Y変調モードともいわれる。先の線分析をY軸方向に連続的に行い、1枚の画像を描かせる。これにより、一層立体的な写真撮影が可能で、特に非導電性試料でチャージアップなどにより画像が乱れる場合、あるいは強磁性試料などで非点収差が発生し、画像が不鮮明になる場合などに有効である。このモードに、さらに信号による輝度変調も合せて1枚の画像とすると、より立体的な観察が可能となる。

(4)γコントロール

SEM像では階調が広い範囲にわたる画像を撮影する場合、明るい部分によるハレーションのためその近傍のディテールまで見えなくなってしまうことがしばしばある。γコントロールはそれを防止するためのもので、信号の増幅系に非直線形の増幅器を使ったものである。これにより陰極線管面に表示される像の明るさがちょうどフィルム黒化度のラティチュード内に収めることができ、ハレーションなどによる影響が除去できる。

(5)極性反転モード

画像の白黒を全く逆転させるものである。通常の像だけでは明暗のコントラストがはっきりしない場合にこの反転像と組合せればより明確にコントラストの識別が可能となる。

(6)像切換モード

二次電子像以外の像（例えば、反射と吸収電子線像）を出す場合にその都度コネクタをつなぎ変えなくても、スイッチの切換だけで異種の信号による像を出すことができる。また、観察用CRTは2本同時に同一パネル面上に取付けることができるので異種の信号による像の同時観察も可能である。

2.4 真空排気系

排気系は自動操作排気方式になっており、ピラニー真空計とフィリップス真空計により制御を行なっている。到達真空度は通常でも 1×10^{-6} Torrであるが、3個所に設けられたコールドラップを動作させれば 1×10^{-8} Torrまで到達できる。

3. 応用例

図5はラットの正常腎の糸球体で、毛細管係蹄壁の左側部および内側部に上皮細胞の核部を認める。図6は同上の高倍像で、数個の細胞質突起と、さらに細い足突起が分れて相手にかみ合っている。図6、図7は“Laboratory Investigation”に Masaki Arakawa, A Scanning Electron Microscopy of the Glomerulus of Normal and Nephrotic Ratsとして投稿中である。

図7はウサギの脾臓における脾洞内面である。紡錘状の杆(かん)状細胞の間に球状、だ円状、金米糖状の血液細胞が介在して見られる（上記の資料は新潟大、藤田教授・荒川教授のご提供による）。

図8は氷の底面(0001面)に表れた典型的な腐食孔（エッチピット）のレプリカによる写真である。六角形の蝕像（しょくぞう）の中心に転移線があり、溶解は転位線を中心として段階的に進んでいる。図9は蝕孔（しょくこう）の面溶解の進んだ場合の高倍像である。図10は氷の破断面のレプリカで、特長的な縞状模様を呈している。

図11はそのオブリック像で、この像によりその縞模様が鋭角なridgeになっていることが一層明らかにわかる（上記資料は北海道大学、黒岩教授の御提供による）。

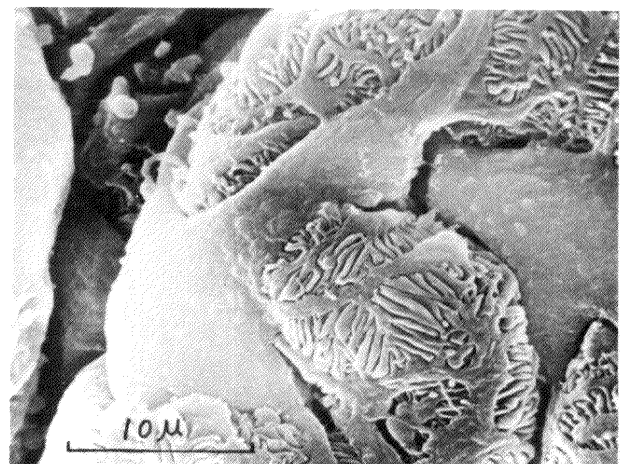


図5 ラットの正常腎の糸球体(1)×3,500

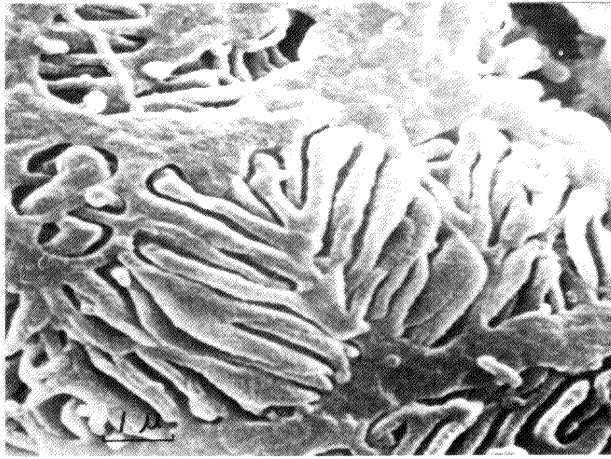


図6 ラットの正常腎の糸球体(2)(2)

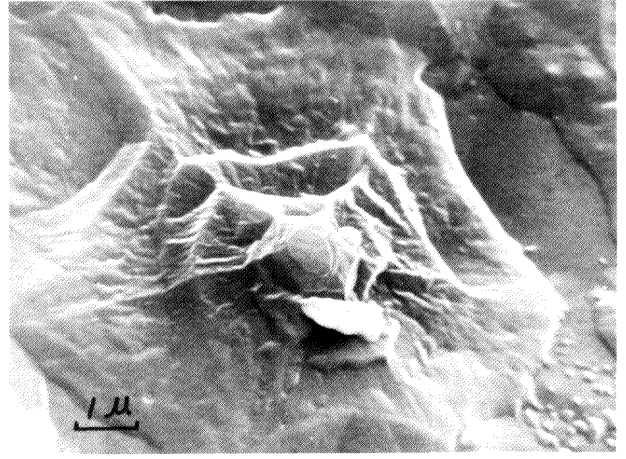


図9 氷の表面に表れたエッチピット(2)

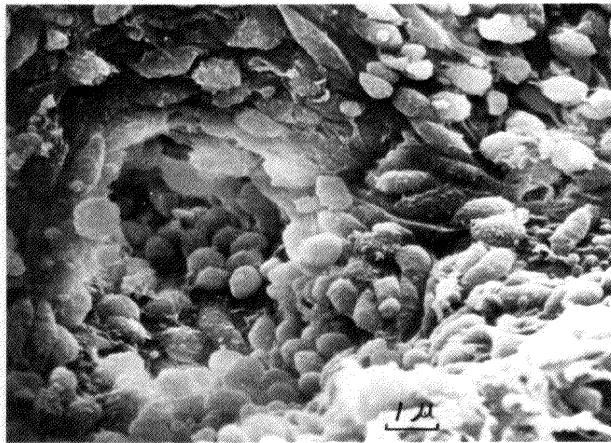


図7 ウサギの脾洞内面×1,000

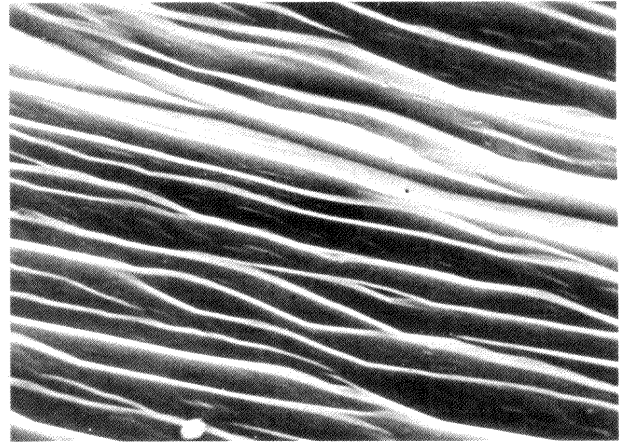


図10 氷の破断面(1)×865

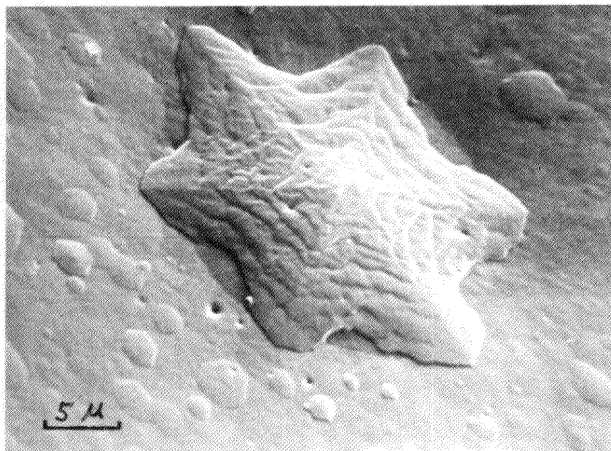


図8 氷の表面に表れたエッチピット(1)

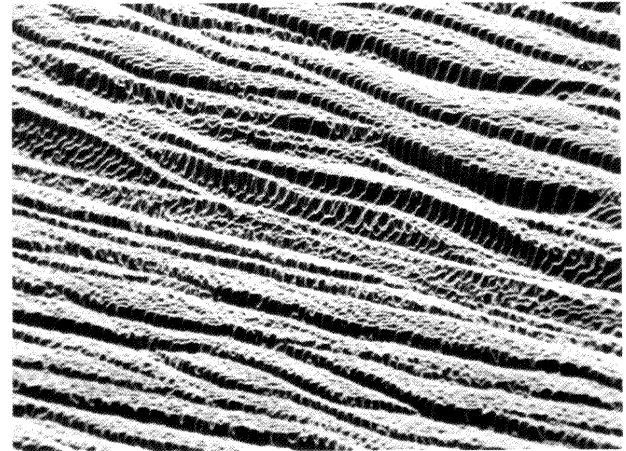


図11 氷の破断面(2) オブリック像

図12および図13はショウジョウバエの頭部の二次電子線像である。この2枚の写真は傾斜角度を一定にして回転角度を変えたものである（回転軸は視野中心）。図12によると絵下部の触毛はあたかも複眼いっぱいの長さをもっているように観察される。しかし回転角度を90度変えた図13ではその長さは複眼の $\frac{1}{2}$ の部分しか占めていない。このように回転角度を変えた写真は立体的形状を有する微少部の高さおよび横方向の寸法的認知を誤らずに知ることができると同時に試料に対する電子線の入射方向および試料支持台に対する試料の取付け角度を知ることができる。図14は図13の試料位置で ± 4 度傾斜角度を変えてステレオ写真を撮影したものである。図13と図14より複眼いっぱいに伸びている触毛は上方向に突出しているのがわかる。図15はその視野で倍率を上げたステレオ写真である。このように回転軸と傾斜軸が光軸に一致する方式のものは、ある位置より試料を回転させたり傾斜させたりして、種々の回転角度でステレオ写真を撮影できるので、立体的な試料にありがちな実体の寸法を測定し誤るなどということはない。

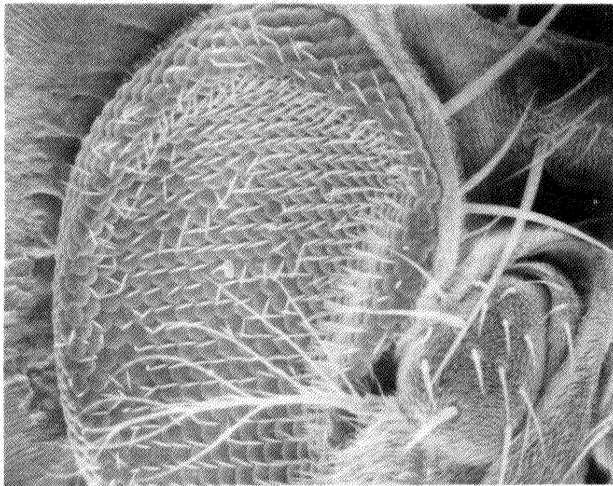


図12 ショウジョウバエの頭部(1) $\times 250$
傾斜角度 30° 回転角度 90°

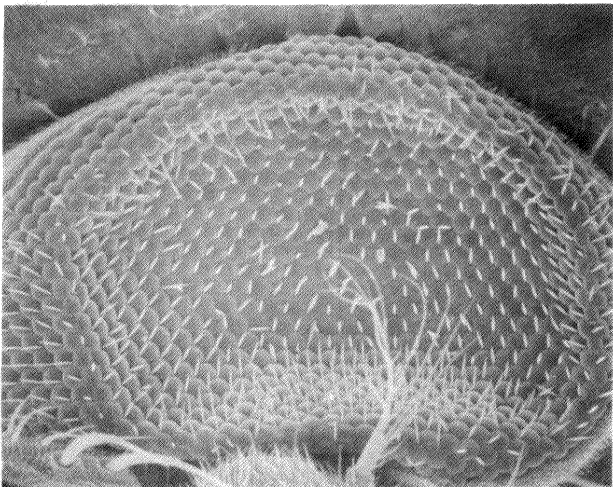


図13 ショウジョウバエの頭部(2) $\times 250$
傾斜角度 30° 回転角度 90°

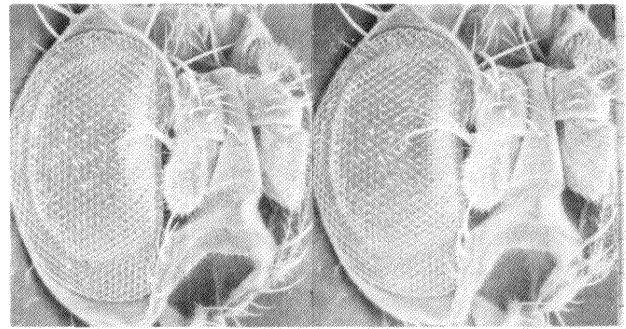


図14 ショウジョウバエの頭部(3) $\times 100$
傾斜角度 左 38° 右 30° 回転角度 0°

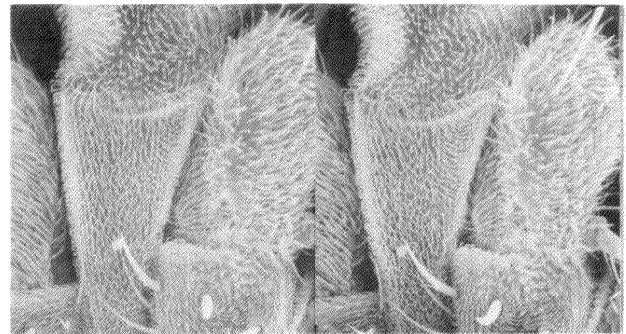


図15 ショウジョウバエの頭部(4) $\times 350$
傾斜角度 左 38° 右 30° 回転角度 0°

4. 結 言

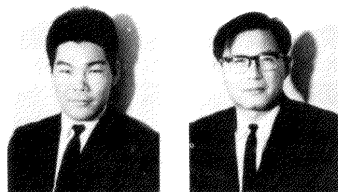
HSMの構造およびその特長と用途などについて概略的に記述したが、紙面の都合上反射、吸収、透過の各電子線像、あるいは蛍光像、X線像などについては言及できなかった。これらは別の機会にまわすことにし、今回は二次電子線像だけを取上げた。終りに当り資料のご提供をいただいた新潟大学・藤田教授、荒川教授、三好教授、および北海道大学・黒岩教授に厚くお礼を申しあげる。

X線マイクロアナライザによる波長シフト (Chemical Shift) の測定 (その1)

丸野 重雄* 藤井 末男*

1. はじめに

原子の結合状態を知る一つの手段として、その原子から放出される特性X線の波長が、低エネルギーの方向あるいは高エネルギーの方向へ移動することを



丸野 重雄 藤井 末男

利用する方法が用いられている。一般に、ある元素の特性X線を発生させるには、その元素あるいはその元素を含む化合物に電子線あるいはX線(連続X線)を照射する。前者は電子励起法、後者は蛍光X線法と呼ばれる。

最近では、蛍光(X線)スペクトルの化学結合への影響を蛍光X線法によって調べることが、たいした困難なしに行われるようになってきている。また、電子励起法によるものでは、専用のスペクトロメータを用いることが多い。固体の極微小領域を非破壊的に分析するX線マイクロアナライザを用いて、いろいろな化合物(酸化物)や合金のChemical Shiftを測定することができれば、X線マイクロアナライザ本来の目的と特長に加えて、さらに応用の範囲が拡大する。それにはまず、X線マイクロアナライザのX線分光器系の波長分解能の精度と再現性が問題となる。その問題について、われわれがX線マイクロアナライザを用いて合金および酸化物のChemical Shiftの実験を行った際に調べた結果を紙面の都合上2回に別けて報告する。

2. 実験方法

X線マイクロアナライザは日立製作所製のXMA-5形を使用した。第1チャンネル(分光結晶 LiFおよびADP)および第3チャンネル(分光結晶 LiFおよびPb-S)は、ローランド円の半径が125mmであるが、第2チャンネル(分光結晶 LiFおよびADP)は200mmなので第2チャンネルを付いた。分光結晶はヨハンソンタイプの結晶で、X線検出器は自然計数率の比較的小さいXeガス封入式比例計数管とマイラ窓のガスフロ形比例計数管を組合せたものを使用した。

今回報告するX線分光器系の波長分解能および再現性の実験では、受光スリット(可変スリット)を0.1mmとし、 $Al_{K\alpha_1, K\alpha_2}$ Satellite線と $Al_{K\beta}$ 線を測定した。測定にはFixed time法を用い、スペクトロメータの波長を0.001 Åあるいは0.002 Åずつ移動させ、各点で30秒間計数して行った。その際、加速電圧20kV、試料電流0.15 μA、電子線径約10 μφ一定とし、試料は金属Al(99.9%)を使用した。

3. 実験結果と考察

目的とするピークのprofileを測定するのに約1時間を要するので、試料表面のContamination(汚れ)のためにX線強度が相当落ちる。このcontaminationは主にCによるものであるが、今回はContaminationのことに

触れないことにする。すなわち、波長スキャンニングの方向によってピークのprofileが多少変形することが考えられるが、測定を長波長から短波長方向に行うことに規定すれば、その影響は各ピークに同等であるとみなすことができるので、ピークの位置の移動には影響がないものと考えられる。それゆえ、測定にはanti-contamination deviceを使用しなかった。

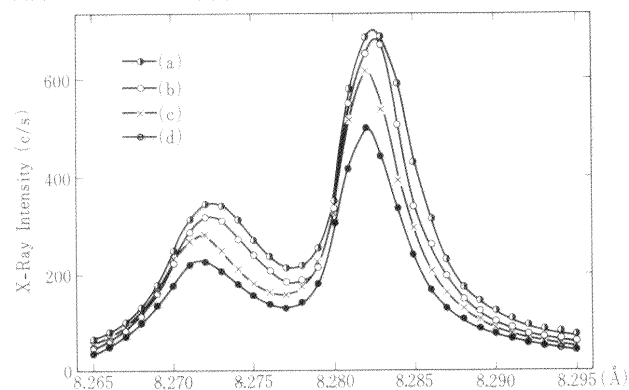
図1 純金属Alの $Al_{K\alpha_1}$, $Al_{K\alpha_2}$ Satellite線の再現性

図1は、 $Al_{K\alpha}$ および $Al_{K\alpha}$ Satelliteのピークprofileである。電子線を光学顕微鏡の視野中心に止め、分光結晶に入射するX線角度および検出器の位置を変えて波長直読方式で記録したものである(XMA-5形では特性X線波長直読式である)。強度が次第に減少しているのは、前述したようにcontaminationによるものである。図1の(a)は波長8.295 Åから短波長方向へ1/1000 Å間隔ごとに測定したものである。同じく(b)は(a)を測定後、9,000 Åまでmanualで戻した後、再び8.295 Åまで送って同様に測定したものである。(c)は(b)を測定後、ADP結晶で測定できる波長 maximum まで manual で戻し、結晶をLiFに交換する操作を行い、再びADP結晶に戻した後、8.295 Åから測定したものである。(d)は第2チャンネルのADP結晶の波長限界(9.319 Å)まで戻した後、測定したものである。最強ピーク位置は、分光結晶の交換操作を行うことによって、約5/1000 Å~6/1000 Å移動する。また、戻す波長範囲の長短にはほとんど関係ないことが、図1の(a)(b)および(c)(d)より推察できるが、繰返し実験の結果でも同様のことが明らかになった。

図2の(a)は、図1の(d)の実験後、結晶をLiFに交換して結晶の角度を調整し、線分析を数点行った後、再びADPに交換して結晶の角度調整を行い、 $Al_{K\alpha}$ および $Al_{K\alpha}$ を測定したものである。最強ピーク位置は約1.3/1000 Å長波長方向に移っている。しかし、これは結晶をADPに交換して、装置の真空外部からツマミによって結晶の角度調整を行う際に起る $Al_{K\alpha}$ 線の最強位置の調節の誤差と思われる。図2の(b)は、(a)を測定後、結晶を交換位置まで戻すことを数回繰返した後、8.295 Åから測定したものである。このような操作を繰返すことによって、ピーク位置が約1/1000 Å程度移動する。移動は図1および図2からわかるようにいずれも短波長方向へ起っている。これはメカニカルな問題として全装置に共通に

* 名古屋工業大学・材料開発研究施設 複合材料研究室

いえるのか、あるいは実験に使用した装置についてだけこのような結果になるのかは明確でないが、いずれにしても波長を広い領域で manual で数回移動を繰り返すことによって、ピークの位置の再現性にこの程度の誤差の生ずることを知っておく必要がある。

図3は、 $Al_{K\beta}$ 線について測定を行ったものである。図3の(a)は分析実験を行う際、標準試料の波長位置を見るため金属Alの $Al_{K\beta}$ を測定したものである。(b)は結晶をLiFに交換して点分析および線分析を行った後、再び結晶をADPに交換して $Al_{K\beta}$ 線を測定したものである。ここでいう結晶をADPに交換する操作には、もちろん、スリットおよび結晶角度を第2チャンネルのADP結晶の規定値に合わせる操作を含んでいる。ピークの位置を通常よく使われるピークの高さの $\frac{2}{3}$ の位置で規定すると、 $1.2/1000\text{\AA}$ 短波長方向に移動している。(c)はアルミニウム酸化物のchemical shiftを分析試料22点連続測定後、再び標準試料である金属Alの $Al_{K\beta}$ 線を測定したもので、(b)に比べて $1.9/1000\text{\AA}$ 同じく短波長方向にピークの位

置が変動している。(d)は再び結晶交換とスリット位置の調整をした後に金属Alの $Al_{K\beta}$ 線を測定したもので、最強ピーク位置は約 $1.5/1000\text{\AA}$ ずれているが、ピークの高さの $\frac{2}{3}$ をとれば、 $4/10000\text{\AA}$ と非常にわずかである。

最後に、結晶を交換しても、交換した結晶の調整を、装置の機械的な誤差の生じ易さ、調整方法の手順および調整目盛の合せ方を十分に理解して実行しなかった場合、実験開始の際に測定する標準試料のピークの位置は相当変化する。図4(a)(b)および(c)は、そのときの様子を示すものである。したがって、一連の試料を連続して測定する場合の再現性には問題がないとしても、断続的に波長シフトの実験を行う場合(他の分析を途中にはきみつつ、時間をおいて測定する)には、必ず標準試料で波長位置をチェックしながら実験を行う必要がある。本実験の結果、X線マイクロアナライザによって Chemical Shift の実験を行うことが可能であり、取扱い方法が正しければ約 $1/1000\text{\AA}$ 程度の精度でそれができると明らかとなったと思われる。

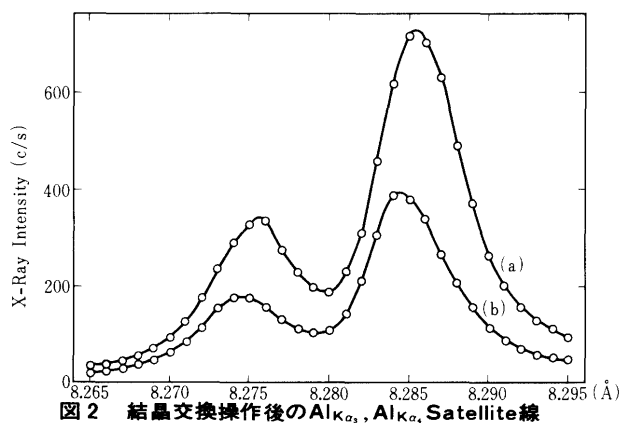


図2 結晶交換操作後の $Al_{K\alpha}$, $Al_{K\alpha}$, Satellite線

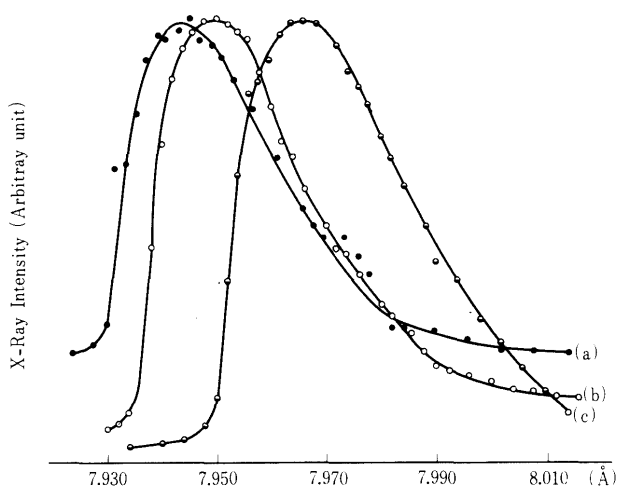


図4 種々の断続的実験を行った後の $Al_{K\beta}$ 線の波長移動 (X線分光系の調整を充分に行わず測定した場合)

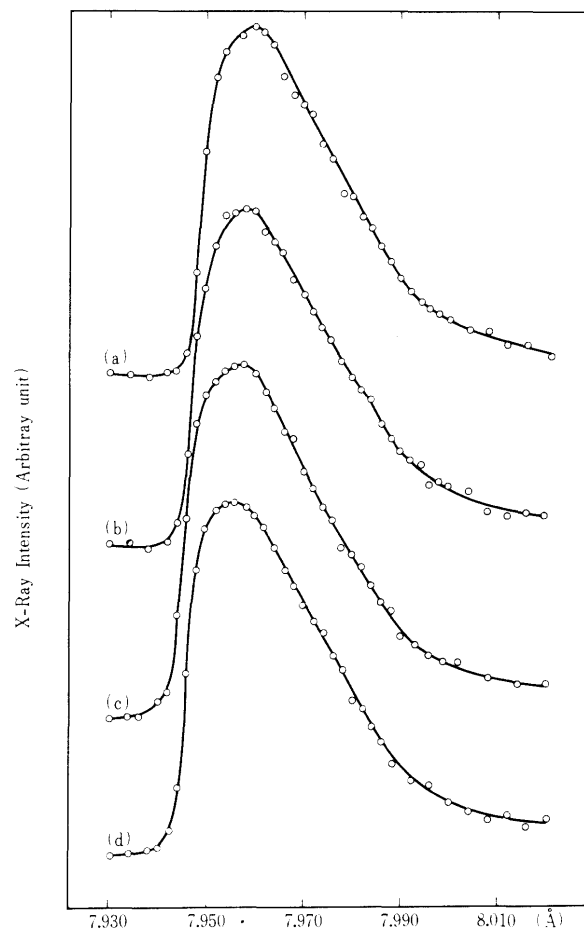


図3 純金属Alの $Al_{K\beta}$ 線の再現性

THE HITACHI Scientific Instrument News
Vol. 13 No.3

昭和45年 9月20日印刷 昭和45年10月 1日発行
非売品
編集人 石川直成 発行人 白川義雄
発行所 株式会社日立製作所 印刷所 日立印刷株式会社