

# THE HITACHI SCIENTIFIC INSTRUMENT NEWS

 SPRING 1983  
VOL.26 NO.1

## 目次

## 報 文

 コンピュータ画像処理の電子顕微鏡観察への応用……………  
……………深町正利 田村良雄… 1

 電子線ホログラフィーによる、アハラノフ・ボーム効果の観察……………  
……………外村 彰… 8

705形日立自動分析装置による、2ポイントアッセイ法の応用——単一チャンネルによる検体ブランク差引き——…横瀬泰三 須藤健吾 野村 靖 佐草寿幸…11

## 解 説

 S-800形日立電界放射形走査電子顕微鏡……………  
……………斎藤尚武 中泉 泰 山田満彦…15

R-90H形日立フーリエ変換核磁気共鳴装置……………服部忠鉄 高比良禎資 七字邦夫 笹瀬 仁 横川 浩 池部美紀…21

 IP-815形日立イオン打込装置……………  
……………田谷俊陸 安部勝信 安藤 弘…27

## トピックス

S-510形日立走査電子顕微鏡……………7

I50-20形日立ダブルビーム分光光度計……………20

270-30形日立赤外分光光度計……………26

306形日立スーパーキャン／ICP発光分析システム……………31

263-30形日立ガスクロマトグラフ…32

## 報 文

U.D.C. 620.187;621.385.833.28;681.322.05

## コンピュータ画像処理の 電子顕微鏡観察への応用

### Application of Computer Digital Image Processing to Electron Microscopy

深町 正利\* 田村 良雄\*

(昭和58年1月26日受理)

## 1. はじめに

コンピュータ画像処理とは、写真・図形などの画像データを数値の集合体に変換し、電算機に入力して、目的に応じていろいろな数値計算を画像データに対してほどこす技法である。コンピュータ画像処理の目的としては、(1)画像を鮮明にしたり、(2)画像のもつ特徴を抽出してうつっているものの同定を容易にしたり、(3)特定の特徴をもつ領域の大きさや個数の測定を自動化したりすること、などがある。

フィルムや印画紙に記録された画像を適当なフォトメータで電気信号に変換し、電算機に入力可能なデジタル画像に変換する装置や、テレビカメラで画像を撮影してデジタル画像化する装置が市販されており、ひろくコンピュータ画像処理に応用されている。SEM、STEMなどの走査方式の電子顕微鏡においては、画像信号が電気信号として時間に対して連続してとりだされるので、電子顕微鏡像を電算機に入力しやすい形をしているとされており、走査方式の電子顕微鏡に電算機を付属させた、コンピュータ画像処理のできる高性能電子顕微鏡の開発が期待されている。

この報告では、はじめに、金属材料技術研究所において金属材料組織観察用に開発した、日立H500トータルシステム電子顕微鏡に付属させて電子顕微鏡像をコンピュータ画像処理する装置を紹介する。ひきつづき、金属材料組織観察に応用した例を2つ(粒界転位線の観察、非晶質合金の観察)紹介する。

## 2. 画像処理装置

## 2.1 装置の構成

図1は試作した画像処理装置である。図2は画像データの流れを示すブロック構成図である。この装置を使用することにより、①走査方式の電子顕微鏡像を、フィルムに記録することなく電算機に入力可能な形のデジタル画像に変換して、磁気テープに記録することができる。また、②フィルムまたは印画紙に記録された電子顕微鏡像を、デジタル画像に変換して磁気テープに記録することもできる。磁気テープに記録された画像は、付属する小型電算機でコンピュータ画像処理する。また、より高度のコンピュータ画像処理をするために、汎用大型電算機へ入力することも

\* 科学技術庁 金属材料技術研究所 物理分析室

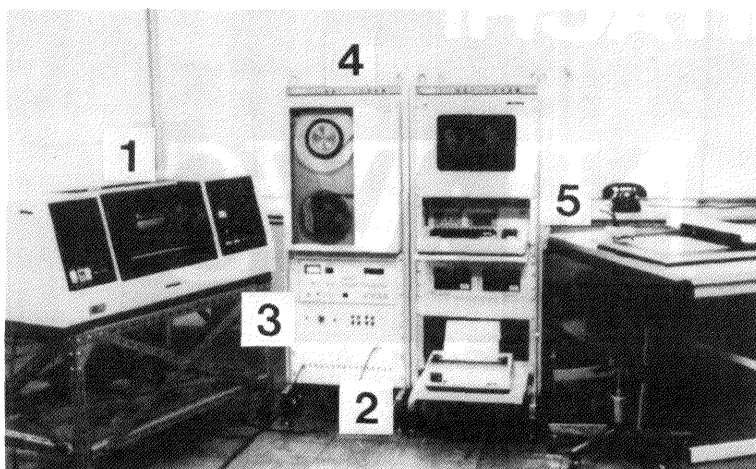


図1 画像処理装置：①フォトメータ、②サンプリングコントローラ、③フィルタ、④デジタルレコーダ、⑤小型電算機

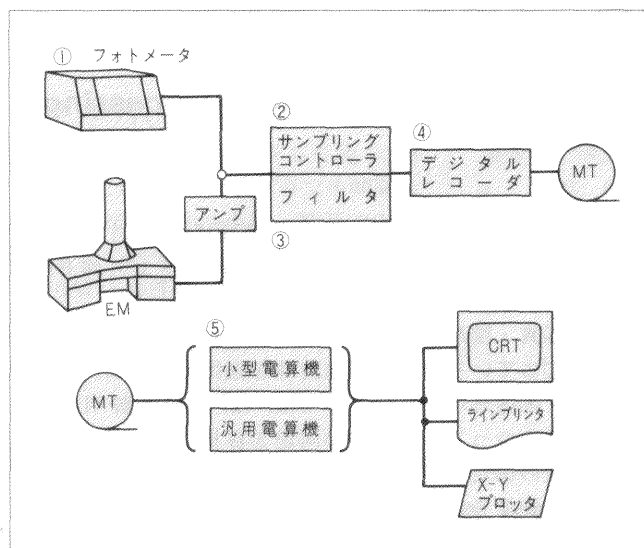


図2 画像処理装置における画像データの流れを示すブロック図

できる。

画像処理装置の主要部分は次のとおりである。番号は図1と図2につけた部分番号と対応する。①フィルムまたは印画紙に記録された電子顕微鏡像を、電気信号に変えるためのフォトメータ（レスカ社製ドラム・スキャナー、最小サンプリング間隔0.05mm）。②画像のどの領域をどのような間隔でデジタル画像化するかをきめるサンプリングコントローラ、③画像の電気信号に含まれる高周波ノイズを除去することを目的としたフィルタ、④画像電気信号を電算機に入力可能なデジタル画像に変換して、磁気テープに記録するデジタル記録装置（ティアック社製デジタルレコーダ、分解能： $\pm 2.048V$ を12bitに分割、最大サンプリング周波数20kHz）、⑤付属する小型電算機（ティアック社製PS-80計算機（48kバイトRAM）、CRTディスプレイ、ミニフロッピーディスク2台、カセット磁気テープ入出力装置2台、プリンタ1台、X-Yプロッタ1台、から構成される）。走査方式の電子顕微鏡から、フィルムを媒介にしないで直接にデジタル画像を得る場合には、フォトメータの電気信

号が入力される場所へ走査電子顕微鏡からとりだされる画像電気信号をつなぐ。汎用大型電算機としては、日立HITAC M-170および日本電気ACOS450を使用してみたが、いずれも磁気テープに記録された画像データを処理することができた。

## 2.2 デジタル画像の画質

図3にデジタル画像の例を示す。入力した電子顕微鏡像をとくに処理することなく、そのままデジタル画像として小型電算機のプリンタから出力して金属材料組織をどの程度までデジタル画像にとらえることができるか調べた例である。3・aは銅の双晶境界（結晶粒界）に分布する転位線を走査透過電子顕微鏡（STEM）モードで観察し、フィルムに画像を記録せずSTEMの画像電気信号を直接にデジタル画像に変換した。3・bはマルエージ鋼の破面の凹凸を走査電子顕微鏡（SEM）モードで観察した2次電子線像である。通常の観察法にしたがってフィルムに記録した電子顕微鏡像を、フォトメータにかけてデジタル画像に変換した。

電算機の内部では4096レベル（12bit）の濃淡度階調数をもたせて画像データを処理しているけれども、コンピュータ画像処理した結果は、プリンタを使用して、1つの画素の面積の一部分を黒くぬりつぶすことにより、10段階の濃淡をもつ画像として出力している。ところで、フィルムや印画紙に記録される画像は、30—60段階の濃淡を識別できるとされる。デジタル画像を描いている画素数は3・aと3・bで、それぞれ $128 \times 64$ および $64 \times 64$ である。電算機に出力装置として付属するプリンタを使用して、この程度の画素数と濃淡階調度で描かれたデジタル画像であっても、適当なプログラムで制御することにより電子顕微鏡像における濃淡の中間調を表現して、転位線（3・a）や破面のくぼみ模様（3・b）など、金属材料組織のデリケートな特徴を充分とらえた画像を描くことができる。

## 3. 電算機によるデジタル画像処理

画像は、平面上の場所によって濃淡の変化する点の集まり $g(x, y)$ として表わすことができる。フィルムや印画紙に記録される電子顕微鏡写真では、この点がこまかく無数に分布しており濃淡も連続して変化しているが、デジタル画像では画像を有限個の画素に分け、そして有限個のとびと

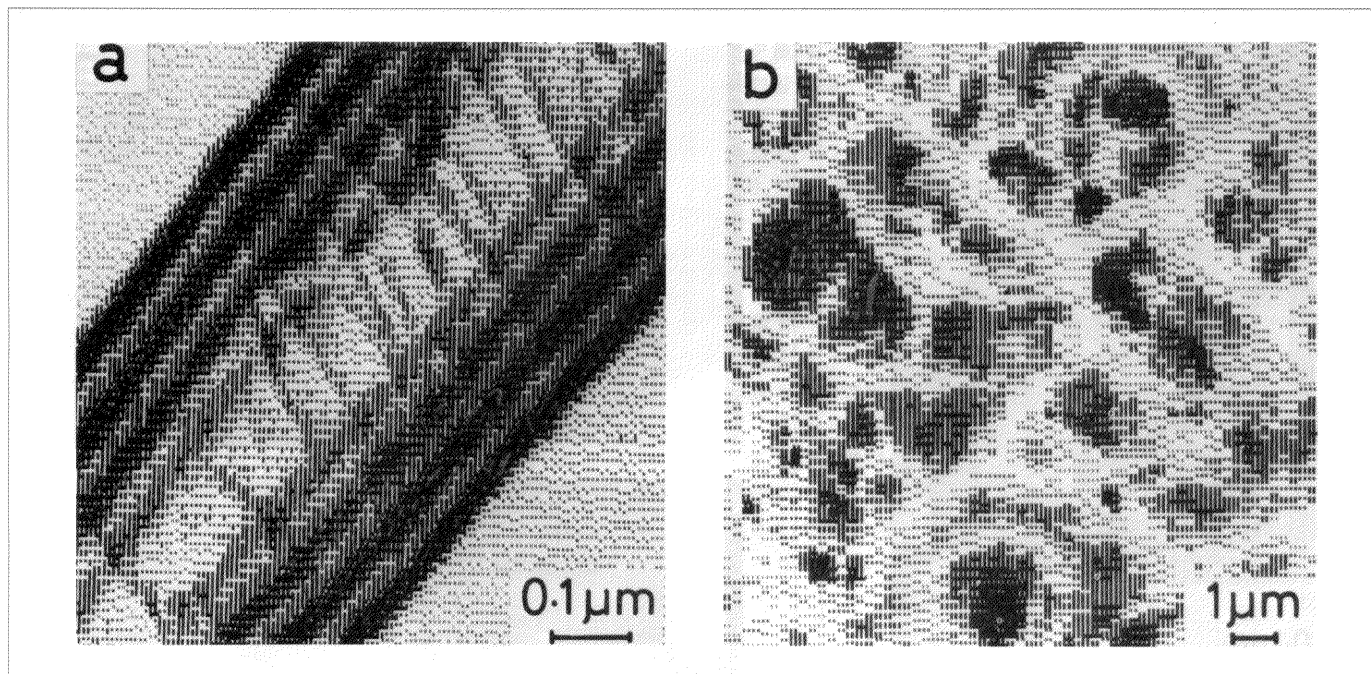


図3 デジタル画像の例 (a) 結晶粒界の転位線像(画素数128×64, 階調10段階で描く), (b) 破面の凹凸像(画素数64×64, 階調10段階で描く)

びの濃淡レベルで画素を黒くそめて電子顕微鏡像を表現する。デジタル画像の画質は、画素数と画素の濃淡の調階数で表される。電算機の中ではこのデジタル画像を画素の位置 $(I, J)$ と濃淡度 $g(I, J)$ を数値で表わすことにより、数値の集合体として画像を処理する。画像データは実空間で処理したり、画像をフーリエ変換して周波数空間で処理したりする。

実空間での画像処理を式で表わすと

$$g'(I, J) = \sum_{m=n_0(I, J)}^{m_f(I, J)} \sum_{n=n_0(I, J)}^{n_f(I, J)} F_{I, J}(m, n) \cdot g(m, n) \dots \dots \dots ①$$

となる。 $g(m, n)$ は画像処理する前の画像で $g'(I, J)$ は処理後の画像である。 $F_{I, J}(m, n)$ は空間フィルタであり、適当な数値の集合体である。適当な数値を使うことにより、像を回転したり、移動したり、拡大・縮小したり、微分してコントラストを強調したり、平滑化したりすることができる<sup>1)</sup>

周波数空間でコンピュータ画像処理する場合は

$$G(m, n) = \sum_{I=1}^N \sum_{J=1}^N g(I, J) \cdot \exp(-2\pi j \frac{Im + Jn}{N}) \dots \dots \dots ②$$

ここで $j^2 = -1$

のように画像 $g(I, J)$ をフーリエ変換 $G(m, n)$ してパワースペクトル

$$|G(m, n)|^2 \dots \dots \dots ③$$

をしらべることにより、画像の特徴を抽出してうつっているものの同定を容易にするのに用いる。周波数フィルタ $F(m, n)$ をかけて $G(m, n)$ をフーリエ逆変換して

$$g'(I, J) = \sum_{m=1}^N \sum_{n=1}^N \frac{1}{NN} \cdot F(m, n) \cdot G(m, n) \cdot \exp(2\pi j \cdot \frac{Im + Jn}{N}) \dots \dots \dots ④$$

のように処理して画像を再生し $\{g'(I, J)\}$ , 画像ノイズを除去したり、観察したいものを強調したり、観察にじやまなものを消去して見やすくしたり、像のゆがみを除いたりすること、などができる<sup>1)</sup>  $F(m, n) = 1$ とした場合は $g'(I, J)$ は入力した画像と同じものになる。なお、計算にあたっては $N = 2^*$ とし高速フーリエ変換の技法を使用する<sup>1)</sup>

#### 4. コンピュータ画像処理の応用例

##### 4.1 結晶粒界転位線の観察

結晶粒界や転位線は金属材料の強さと深いかわりをもつ金属材料組織である。金属材料を透過電子顕微鏡モードで観察すると、結晶格子の弾性歪により現われるベンドコンター<sup>2)</sup>とか、薄膜試料の厚さが場所によって変化することにより現われる等厚干渉縞<sup>2)</sup>などがあり、これらが観察しようとする金属材料組織に重なってじやまをして、見ようとするものがはっきりしないことがある。デジタル画像処理によりこれら観察にじやまなものを消し、見ようとするものだけを残すことにより画像を鮮明化できることを示す。ここに示す例では走査透過顕微鏡(STEM)モードで観察した電子顕微鏡像の電気信号を直接デジタル画像に変換したものをコンピュータ画像処理した。

図4と図5は結晶粒界に分布する転位線の観察に際し、粒界に現われる等厚干渉縞を消して転位線だけを観察した画像処理の例である。それぞれ、入力した画像(a)に対して、実空間(図4)または周波数空間(図5)でフィルタ操作をして画像処理した画像(b)を得た。図において、左上か



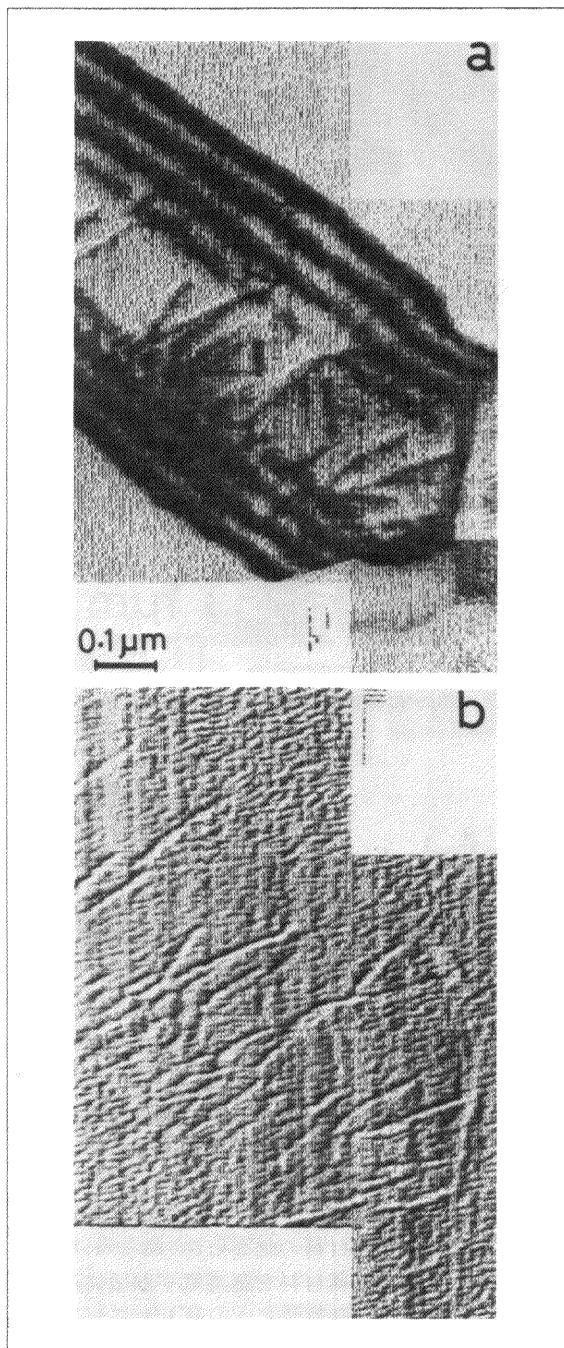


図4 実空間フィルタ操作により、入力画像(a)から結晶粒界にある等厚干渉縞を消去して、粒界に分布する転位線を観察しやすくした(b)。

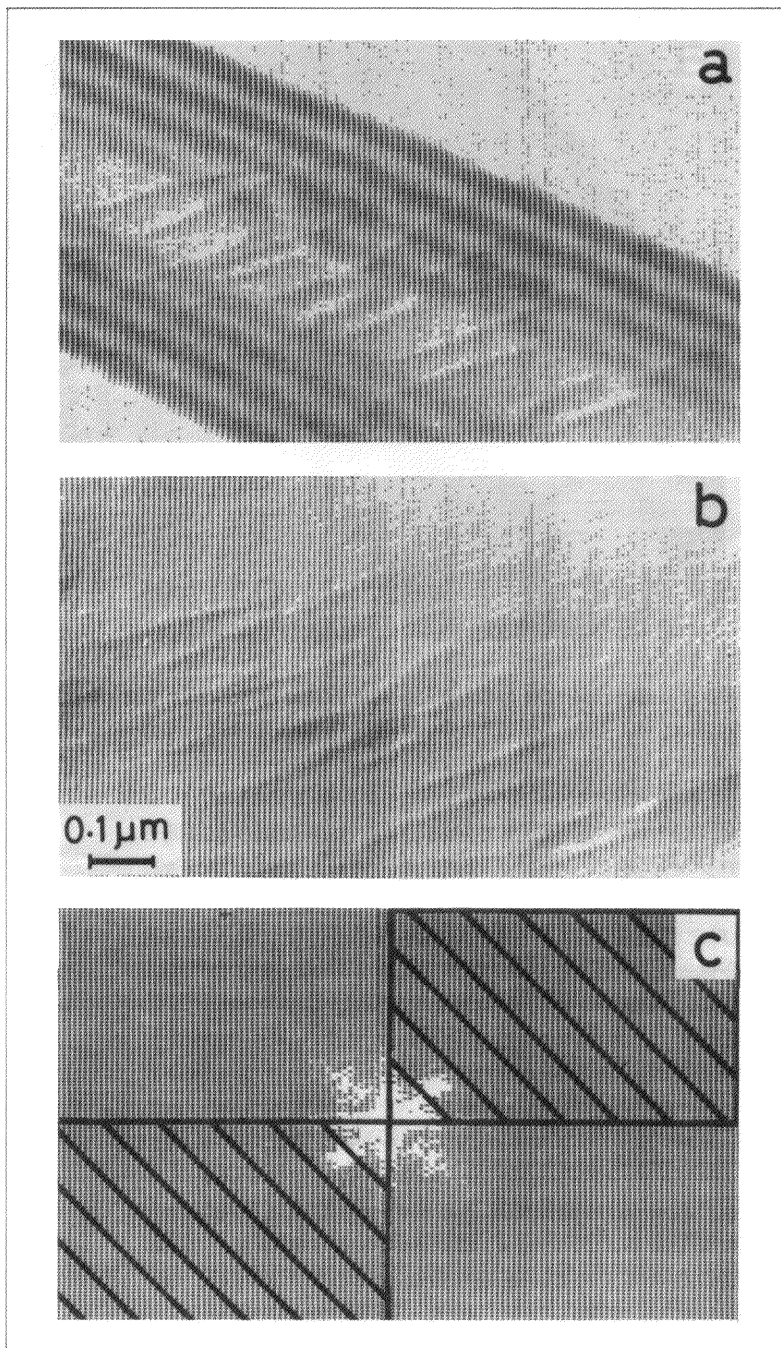


図5 周波数空間でフィルタ操作をして、入力画像(a)から粒界にある等厚干渉縞を消去して、転位線を観察しやすくした(b)。(c)は(a)のパワースペクトルにフィルタ位置を斜線で示した。

ら右下へ走る明暗の縞が結晶粒界に現われた等厚干渉縞であり、右上から左下へ走る線が転位線である。式1を使う空間フィルタ操作においては(図4)、左上から右下方向に沿って微分し、これと直角な方向に沿って平滑化することをした。式4で表わされる周波数領域でのフィルタ操作においては、入力した画像(5・a)をフーリエ変換したパワースペクトル(式3)図5・cに示すが、結晶粒界についての情報をたくさんもつ斜線をほどこした領域のフーリエ成分につ

いて $F(m, n) = 0$ とするマスクをかけて再生像にあずからないようにし、式4で再生像(b)を得た。

図4は付属する小型電算機を使用して画像処理(画素の大きさ $128 \times 64$ )を数回くり返し、出力した画像をはり合わせたものである。図5は汎用大型電算機を使用して画像処理(画素の大きさ $128 \times 128$ )をした。

入力した画像(a)とコンピュータ画像処理した画像(b)を比較すると、結晶粒界に現われる等厚干渉縞が消えて転



位線が見やすくなっている。このような操作は、単に転位線を見やすくするだけでなく、結晶粒界転位線の本数を数えるような画像処理には必要な前処理でもある。

#### 4.2 非晶質合金の観察

熔融状態から合金を急冷すると、液体構造とも結晶固体構造とも異なる原子配列をもつ金属材料、いわゆる非晶質合金が得られる。X線回折、中性子線回折、電子線回折、X線吸収端微細構造、電子顕微鏡などで非晶質合金の構造が研究されている。電子顕微鏡を使った非晶質合金の研究では、非晶質を微細な結晶の集合体と考える研究者<sup>3)</sup>と、そうではなくて独特の構造をもつ材料と考える研究者<sup>4)</sup>とがいる。

鉄をベースにした非晶質合金では、製造したままの材料では靱性があり、180°折り曲げても破損しないけれども、低温で加熱すると材料が脆化し、曲げると簡単に破損するようになる。この材質の変化にみあう材料組織変化を検出することがいろいろ試みられているけれども、大変むずか

しい問題で、きめこまかい実験が必要である<sup>5)</sup>。コンピュータ画像処理を使うことにより、この材質変化にともなう材料組織変化を容易に抽出できることを示す。

コンピュータ画像処理には、透過電子顕微鏡モードで観察したフィルムに記録した画像を使用した。格子面間隔が0.15nmまでのデバイリングが通過する大きな対物絞りを使得、軸上入射で非晶質合金を観察した。

図6は入力したFe-19.5%Ni-10%Si-12%B非晶質合金のデジタル画像である。画素の大きさを64×64とし、小型電算機を使用してコンピュータ画像処理した。6・aは製造したままの靱性ある材料で、6・bは498Kで36Ks(10時間)加熱して脆化した試料である。

入力画像(図6)をフーリエ変換してパワースペクトル(式3)を描いたものを図7に示す。図の中心は画像濃淡の平均値についての情報を持ち、中心から外へ移るにつれてこまかい組織の情報をもっている。一番外では0.15nmの細かさの情報をもっている。靱性をもつ試料(7・a)では強いスベ

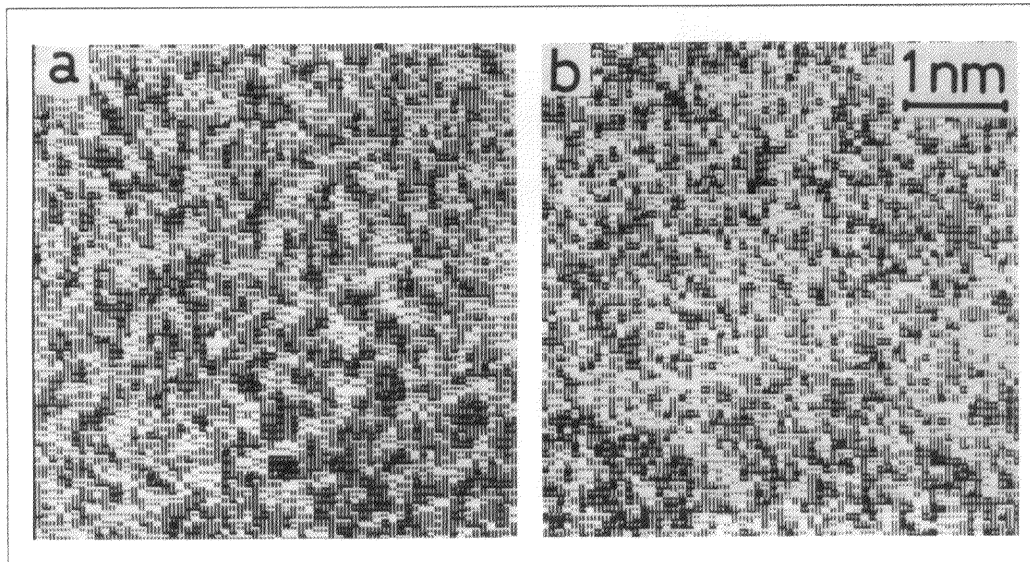


図6 靱性ある非晶質合金(a)と脆化した非晶質合金(b)について、画像処理のため入力したデジタル画像

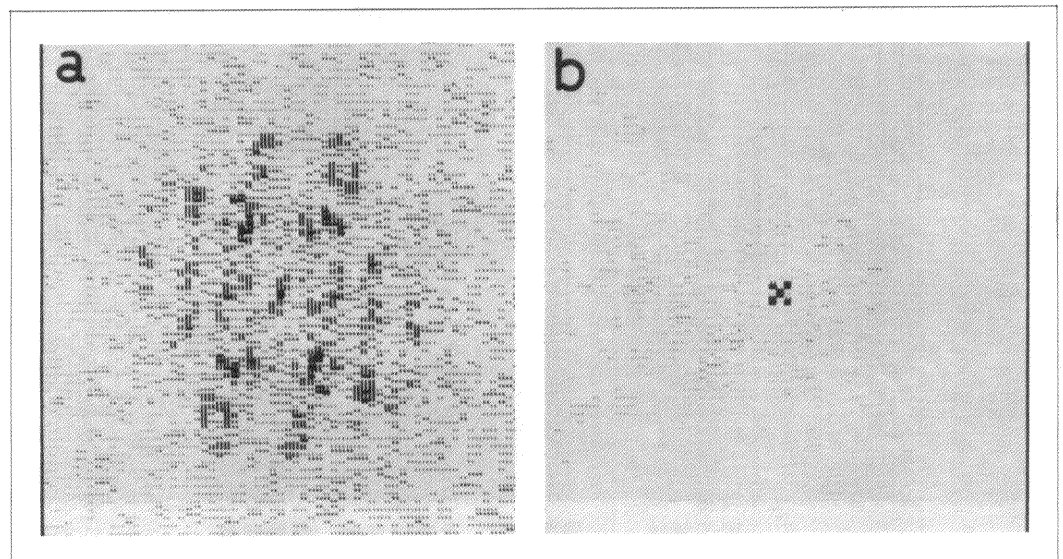


図7 靱性ある非晶質合金(a)と脆化した非晶質合金(b)について、非晶質合金の構造の特徴を表わすパワースペクトル。

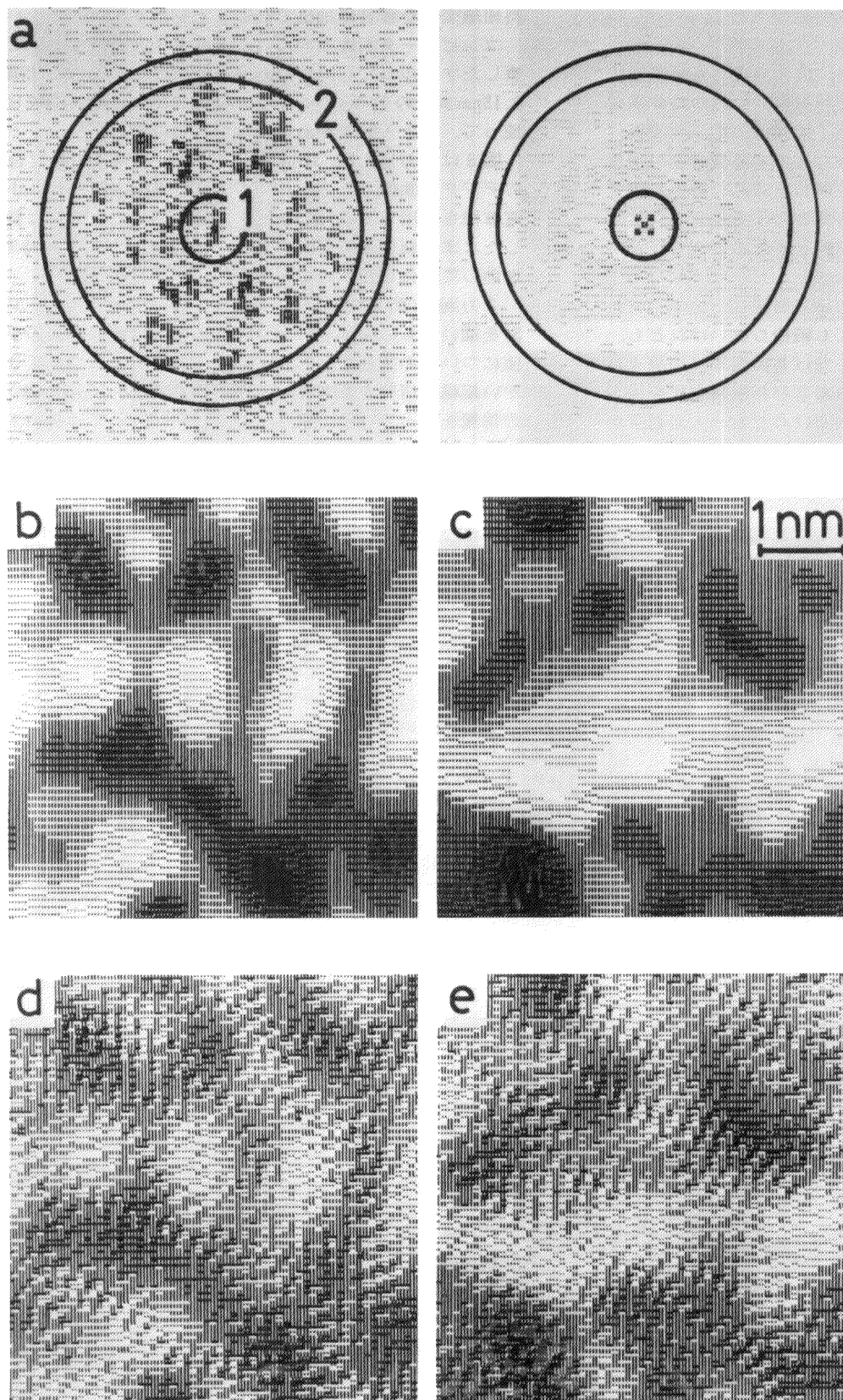


図8 周波数空間でフィルタ操作により、図6の画像から観察しようとする組織を強調した。(a)はフィルタ位置をパワースペクトル上に示す。微結晶粒を靱性ある非晶質合金(b)と脆化した非晶質合金(c)について観察し、格子縞の分布を靱性ある試料(d)と脆化した試料(e)について観察した。

クトル成分が中心から外へ広がって組織がこまかいことを示すのに対し、脆化した試料(7・b)では強いスペクトル成分が中心に集まって組織が荒いことを示している。このように材料組織の細かさについては、パワースペクトルを調べることでより容易に区別できる。

画像に記録された組織の細かさについてはパワースペクトルの分布から明らかにされるが、これら組織がどのように電子顕微鏡像に分布しているのかは、パワースペクトルを調べるだけではわからない。そのためには、フィルタを用意し、観察しようとする組織の細かさについての情報だけを使って式4により画像を再生すればよい。図8は再生像の例を示す。8・aはパワースペクトルの上に周波数フィルタの位置を示しており、内側の円(1)は1nmより大きい組織の情報をもつフーリエ成分の位置を示し、ドーナツ状のリング(2)は格子面間隔0.21nmを中心にしたその近傍のこまかさの組織をもつフーリエ成分位置を示す。

8・bと8・cは、それぞれ靱性をもつ試料(図5・a)と脆化した試料(図5・b)について、1nmより大きい組織のフーリエ成分だけを使って画像を再生した。この非晶質合金は1~2nmの微細結晶粒から構成されることが電子回折線の解析から推論されているが<sup>5)</sup> これら結晶粒の分布を明らかにすることを目的として画像を再生した。再生像には1~2nmの大きさの白と黒の領域が見えるが、これは電子線回折線の解析から期待される結晶粒の大きさに一致する。靱性ある試料(8・b)と脆化する試料(8・c)を比較すると、材料が脆化することにより結晶粒がわずかに大きくなり、また結晶粒が結合しはじめていることがわかる。

8・dと8・eは、それぞれ靱性ある試料と脆化した試料について、結晶粒の大きさを表わすフーリエ成分と格子面間隔を表わすフーリエ成分を用いて像を再生した。微結晶であれば、原子の配列を投影した像、すなわち格子縞が画像に現われているはずで、コンピュータ画像処理することで格子縞を明瞭に観

察することを試みたわけである。靱性ある試料(8・d)と脆化した試料(8・e)を比較すると、脆化することにより格子縞がはっきりし、ひろい領域にわたり現われていることがわかる。脆化にともなって、結晶粒が大きくなり、原子配列がきちんとしてくることを表わしていると考えられる。

このように、コンピュータ画像処理することにより、結晶粒とか格子縞とかの観察したいものを強調して、画像の特徴を容易に抽出することができる。

## 5. ま と め

電子顕微鏡の付属装置として画像処理装置を試作して、金属材料組織の観察へ応用してみた。この装置を使用することにより、走査モードの電子顕微鏡像の画像電気信号を直接に、またはフィルム・印画紙に記録された電子顕微鏡像をフォトメータにかけることにより電算機に入力可能な形の画像データに変換することができる。

コンピュータ画像処理の応用を試み、効用を検討してみた。その結果、画像ノイズの除去ができる、画像のもつ特徴を容易に抽出できる、観察しようとするものを明瞭にできる、などに有効であることがわかった。

## 参考文献

- 1) 安居院猛, 中嶋正之: コンピュータ画像処理, 産報出版, p.15.
- 2) P.B.Hirsch, A.Howie, R.B.Nicholson, D.W. Pashley and M.J. Whelan: Electron Microscopy of Thin Crystals, Butterworths(1965), p.195.
- 3) A.Howie, O.L. Krtvanek and M.L. Rudee: Phil. Mag., 27(1973)235.
- 4) P.Chaudhari, J.F. Graczyk and S.R. Herd: Phys. Stat. Sol., B51(1972)801.
- 5) M.Fukamachi, K. Hoshimoto and H. Yoshida: Proc. 4th Int. Conf. on Rapidly Quenched Metals(Sendai, 1981)p.417.

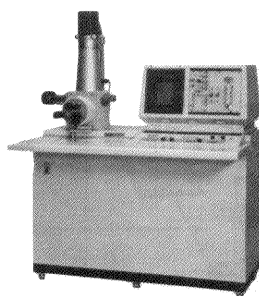
## Topics

### S-510形 日立走査電子顕微鏡

S-510形は、電子光学技術とコンピュータ技術を結集し、高精度と多くの自動化を達成させたルーチン分析用の走査電子顕微鏡です。

#### ■特 長

- (1) コンピュータ制御による自動化オートフォーカス、オートブライトネス/コントラスト、倍率自動補正(加速電圧、ワーキングディスタンス)等をコンピュータにより高精度で



S-510形走査電子顕微鏡

制御し自動化を実現しました。

- (2) 大形・多機能試料室  
小さな試料から大きな試料(100mmφ)まで、通常観察、凍結観察(クライオシステム)、元素分析(EDX)が可能です。
- (3) 押しボタン式の操作パネル  
視野移動、加速切替え、倍率選択および写真撮影はすべてワンタッチ

で行なえます。

- (4) 見やすい像表示  
画質の良いTV走査方式の静止画像。
- (5) 高速自動排気系  
大形・高速排気システム

#### ■主な仕様

- (1) 二次電子分解能: 7nm(70Å)
- (2) 倍 率: ×20~×150,000
- (3) 加速電圧: 2, 5, 10, 15, 25kV
- (4) 電子光学系: 電磁レンズ3段縮小
- (5) 試料微動装置: X, Y=40mm  
Z=5~35mm  
傾斜 -20°~+90°  
回転 360°  
試料サイズ 102mmφ(最大)
- (6) 像表示: 二次電子像, X線像, 反射電子像
- (7) 排気系: 自動プログラム制御



# 電子線ホログラフィーによるアハラノフ・ボーム効果の観察

## Observation of the Aharonov-Bohm Effect by Electron Beam Holography

外村 彰\*

(昭和58年1月13日受理)

電子線ホログラフィーは、最近当所において開発した100 kV電界放射型透過電子顕微鏡<sup>1)</sup>によって実用段階に入った。電子線ホログラフィーの本来の目的は、電子レンズの球面収差を補正して超高分解能を得ることにあるが、ホログラフィーの考案者であるガボール<sup>2)</sup>すら予測しなかった新たな用途が開発された。この方法は、いわば電子線を使った干渉顕微鏡であり、試料を透過した電子線の位相の等高線として、ミクロな領域に局在した磁力線の直接観察を可能にするものである。<sup>3-5)</sup>

この技術を使うことによって、アハラノフ・ボーム効果(AB効果)の存在が検証された。<sup>6)</sup>AB効果を図1に説明する。ソレノイドの内部だけに磁場を発生させる。1点から出た2本の電子線がソレノイドの両側を通ると、光路差のほかに余分な位相差が生じる。その位相差はちょうどソレノイドの磁束に比例する。2本の電子線は決して磁場に触れていないにも拘らず、磁場の存在を知っていることになる。

いわば、電子線は近くの磁場を感じている。

アハラノフ(Y. Aharonov)とボーム(D. Bohm)は、この現象をつぎのように説明した。<sup>7)</sup>電子線の波動現象を記述する量子力学では、物理的実在は磁場ではなくベクトルポテンシャルである。理由はソレノイドの外には、磁場はなくてもベクトルポテンシャルは存在するためである。この現象は、ただちにチェンバース(R. Chambers)<sup>8)</sup>やその他の人々<sup>9)-11)</sup>によって実験的に検証された。ところが、1978年イタリアのボッチェリ(P. Bocchieri)とロインガー(A. Loinger)はAB効果の存在を否定する論文を提出した。<sup>12)</sup>以来、論争が起こり、今だに続いている。関連した論文は既に50篇を超える。AB効果の存否が何故それほど重要になったかという点、ここ10年で近代物理学の基礎を支える現象にまでなってきたためである。電磁気力、核力、重力といった物理的な力は、これまで全く独立と考えられてきた。ところが、今や全宇宙を支配する全ての力は“ゲージ場の理論”と呼ばれる理

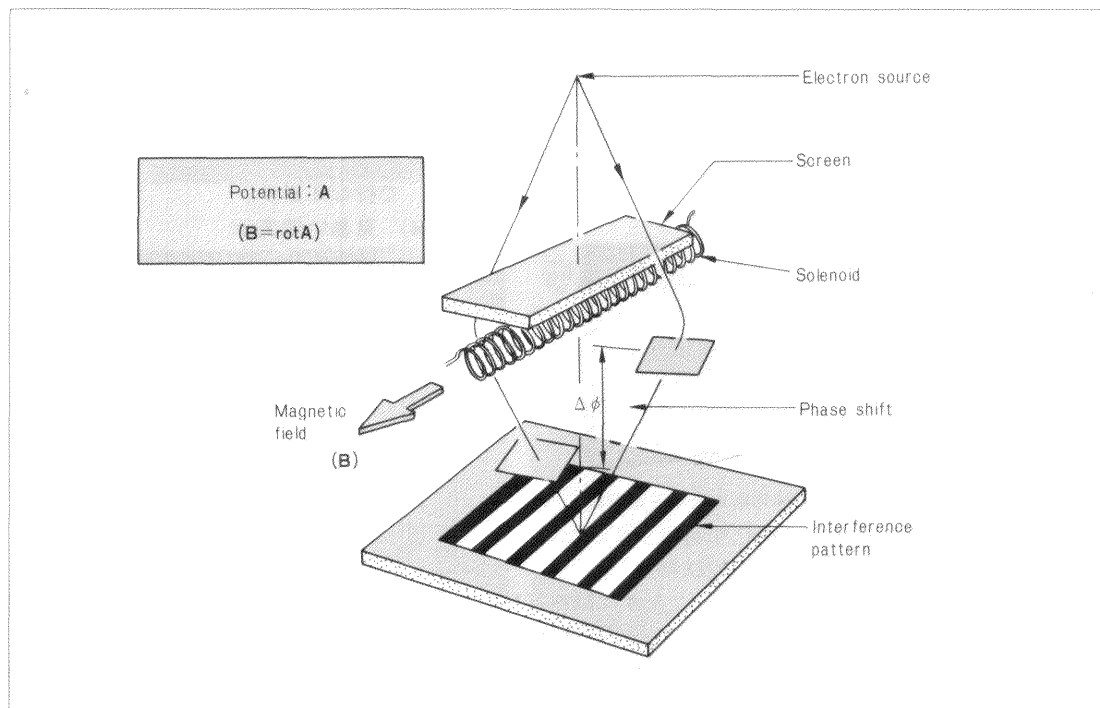


図1 アハラノフ・ボーム効果 1点から出た2本の電子線は、ソレノイド内部の磁場に触れないのにそれを感じている。

\* 日立製作所 中央研究所 第4部(主任研究員)

論によって記述できそうな気配になってきた。この理論の中で、ベクトルポテンシャルはゲージ場と呼ばれる基本的な物理量であるが、AB効果はベクトルポテンシャルが物理量であることを示す唯一の現象である。このためAB効果の否定は、近代物理学の基礎をゆるがすことにもなりかねない。

AB効果の存在を否定する根拠はつぎの通りである。AB効果は単に数学的な便宜から導入されたもので虚構である。以前に行なわれた検証実験にも疑問が残る。それらの実験で用いられたソレノイドやホイスカーは長さが有限であり、そこから漏れ出た磁場によって電子が影響を受けていることが考えられる。<sup>13,14)</sup>今までこうした微視的な磁場を検知する方法はなかった。

我々は、電子線ホログラフィー法を用いて決定的な実験を行なうことにした。この目的のため、まず環状の磁石を作った。大ききわずか数 $\mu\text{m}$ の小さな環状磁石をパーマロイの薄膜から電子線描画技術を用いて切り出した(図2)。環状磁石が持つ磁場は環に沿って回転しており、外部には漏れ出ていない。この環状磁石は、4本の棒磁石を口の字型につなげたものと考えてもよい。棒磁石の1本は、前述のソレノイドと見なせる。ソレノイドの一端から出た磁場は空間に漏らさずに、磁石の中を通過して反対側の端へ戻る。この環状磁石の内側の空間を通過した電子線と外側の空間を通過した電子線の位相分布を調べれば、AB効果の存否を検証できる。この結果を図3に示す。

もし電子線の位相が全面で一様であれば、規則正しい干渉縞が観察される。位相の分布は、干渉縞の変位で表わされる。もしAB効果が存在しなければ、環状磁石の内と外の空間を通過した2本の電子線は何らの物理的な影響も受けないため、環状磁石内外の干渉縞は一直線上に並ぶ。しかし、AB効果が存在すれば、環状磁石内外でずれが生じる。図3

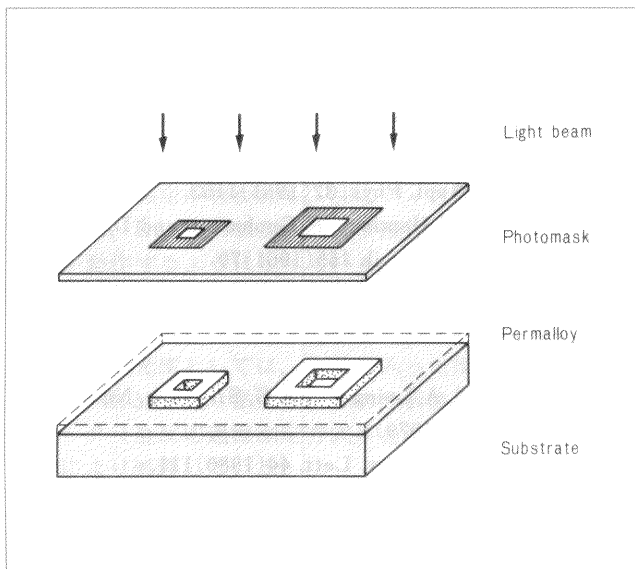


図2 環状磁石 環状磁石は、電子線描画技術を用いてパーマロイ薄膜から切り出された。

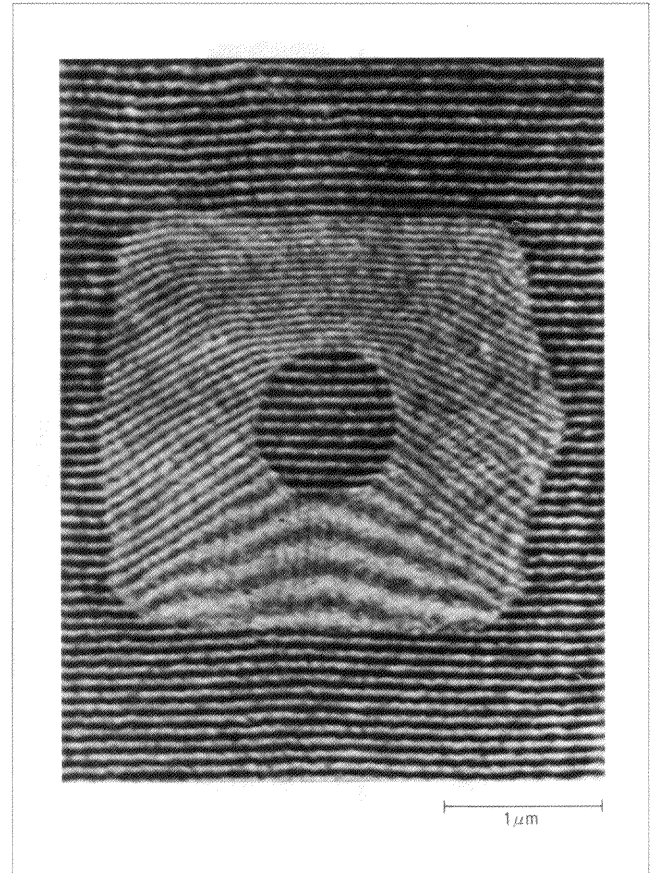


図3 環状磁石付近を通った電子線の位相分布 干渉縞のずれから、環状磁石の内と外の空間を通過した2本の電子線の間に、6波長分の位相のずれが生じていることがわかる。

6波長分の位相差が生じていることがわかる。こうして、AB効果の存在は疑いないものとなった。

厚さの影響によって電子線の位相が変わることを指摘する向きもあるかも知れない。しかしこれは、他の環状磁石を用いて位相変化を調べれば解決する。図3の場合、環状磁石の磁化が反時計回りのため、内側の空間を通過した電子線の波面は遅れている。しかし、時計回りの磁化によって波面が進んでいる例も見られる。さらに、環状磁石の厚さを一定にしたときに、電子線の位相のずれは環状磁石の幅に比例している。これらの結果は、位相のずれが厚さの影響によるものでないことを示している。

また、AB効果による電子線の位相変化に比べて、漏れ磁場による位相変化が充分小さいことも確認した。図4は、環状磁石内外の磁力線分布を示したもので、磁場が閉じているものと閉じていないものの例である。(a)の環状磁石は、図3に示した実験に用いたものである。磁石からは、わずか1本の磁力線しか漏れ出ていない。この干渉像は、位相を2倍に増幅したものであるで、<sup>15)</sup>隣り合った干渉縞の間には $h/2e$ の磁束が存在している。これは、 $1/2$ 波長分の位相変化に対応している。図4(b)のように磁場が大きく漏れ出ていれば、はっきりと観察でき、しかも位相変化からその影響を評価できる。検証実験に用いたすべての環状磁石の

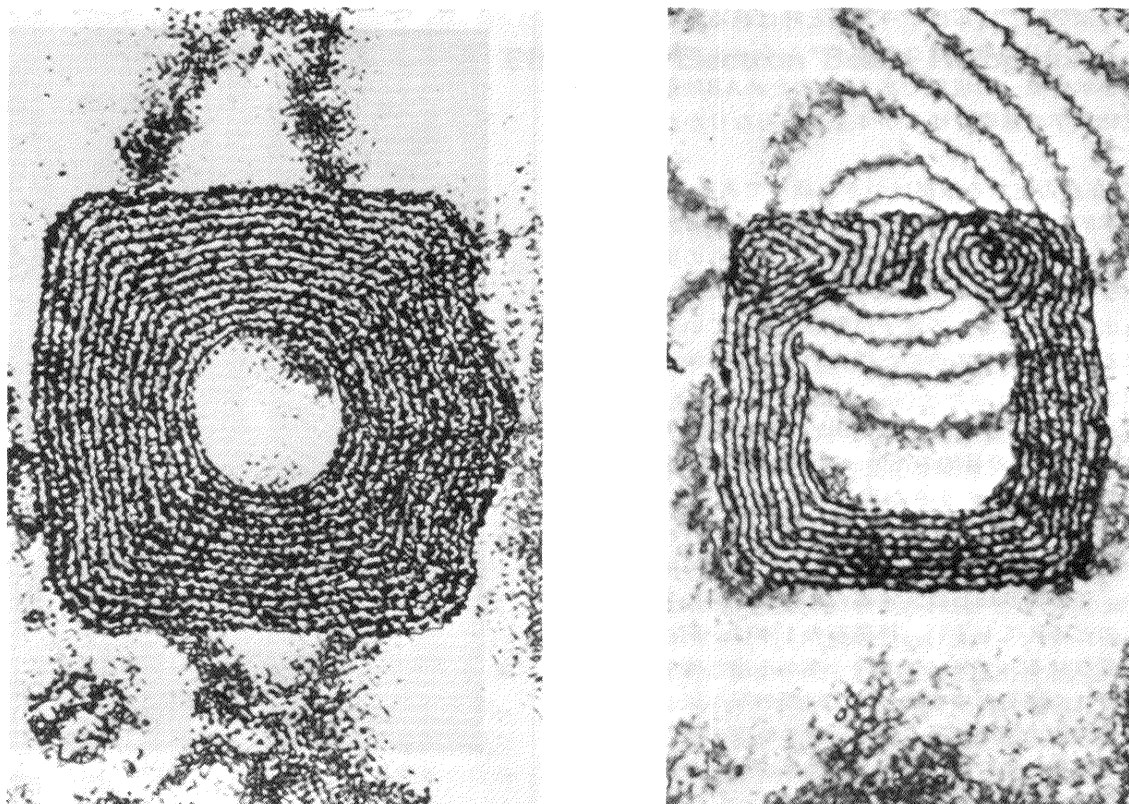


図4 環状磁石の干渉顕微鏡像 (a) 完全な磁気回路(漏れ磁場のないもの), (b) 不完全な磁気回路(漏れ磁場のあるもの)

漏れ磁場は、 $1/2$ 波長分の位相変化に対応している。それ故、漏れ磁場によるあいまいさを完全に取り除いて、AB効果の存在を確認した。

最後に、この実験の意味するところを考察する。環状磁石内外の空間を通った電子は、磁石のない所を通るため偏向されない。もし、ベクトルポテンシャルが物理的な実在であれば、この実験結果を理解することは容易である。ベクトルポテンシャルの場合は、環状磁石の内側の空間から上向きに湧き出しており、裏側に戻っている。電子とベクトルポテンシャルの直接の相互作用によって、環状磁石の内と外の空間でそれぞれ電子線の波長が長くあるいは短くなる。

こうして、ベクトルポテンシャルおよびAB効果の存在を、この実験で確かめることができた。

#### 参考文献

- 1) A. Tonomura, T. Matsuda, J. Endo, H. Todokoro and T. Komoda, J. Electron Microsc. **28**(1979)1.
- 2) D. Gabor, Proc. R. Soc. London **A197**(1949)454.
- 3) A. Tonomura, T. Matsuda, J. Endo, T. Arai and K. Mihama, Phys. Rev. Lett. **44**(1980)1430.
- 4) A. Tonomura, T. Matsuda, H. Tanabe, N. Osakabe, J. Endo, A. Fukuhara, K. Shinagawa and H. Fujiwara, Phys. Rev. B **25**(1982)6799.
- 5) T. Matsuda, A. Tonomura, R. Suzuki, J. Endo, N. Osakabe, H. Umezaki, H. Tanabe, Y. Sugita and H. Fujiwara, J. Appl. Phys. **53**(1982)5444.
- 6) A. Tonomura, T. Matsuda, R. Suzuki, A. Fukuhara, N. Osakabe, H. Umezaki, J. Endo, K. Shinagawa, Y. Sugita and H. Fujiwara, Phys. Rev. Lett. **48**(1982)1443.
- 7) Y. Aharonov and D. Bohm, Phys. Rev. **115**(1959)485.
- 8) R. G. Chambers, Phys. Rev. Lett. **5**(1960)3.
- 9) H. A. Fowler, L. Marton, J. A. Simpson and J. A. Suddeth, J. Appl. Phys. **32**(1961)1153.
- 10) H. Boersch, H. Hamisch, K. Grohmann and D. Wohlleben, Z. Physik **165**(1961)79.
- 11) G. Möllenstedt and W. Bayh, Phys. Bl. **18**(1962)299.
- 12) P. Bocchieri and A. Loinger, Nuovo Cimento **47A**(1978)475.
- 13) P. Bocchieri, A. Loinger and G. Siragusa, Nuovo Cimento **51A**(1979)1.
- 14) S. M. Roy, Phys. Rev. Lett. **44**(1980)111.
- 15) J. Endo, T. Matsuda and A. Tonomura, Jpn. J. Appl. Phys. **18**(1979)2291.



# 705形日立自動分析装置による2ポイントアッセイ法の応用 ——単一チャンネルによる検体ブランク差引き——

## Determination by 2 Point Assay with HITACHI Model 705 Automatic Blood chemistry Analyzer ——Sample Blank Subtraction by Single Channel System——

横瀬 泰三\* 須藤 健吾\* 野村 靖\*\* 佐草 寿幸\*\*

(昭和58年1月13日受理)

### 1. はじめに

705形自動分析装置(以下705形と略す。)は比色分析、レート分析により最大16項目を同時に分析する機能を有する。また多項目少数検体用として最も重要な条件である小形軽量化を図っている。その用途は、臨床生化学検査のメインとしてのルーチン検査の他に、緊急検査および大型自動分析装置のバックアップ用である。705形の特長の1つとして全反応過程測定方式が上げられる。

この全反応過程測定方式(詳細後述)を採用することにより、通常用いられているエンドポイントアッセイ、1液法または2液法によるレートアッセイの他に、

- (1) 検体ブランク補正のエンドポイントアッセイ(2ポイントアッセイ)
- (2) エンドポイントと検体ブランク補正のエンドポイントによる2項目同時分析
- (3) エンドポイントとレートアッセイによる2項目同時分析
- (4) 1液レートアッセイの2項目同時分析

など、従来の自動分析装置では不可能または繁雑とされていた測定法が容易に行えるようになった。ここに2ポイントアッセイ法の応用例として、単一チャンネルによる検体ブランク差引きの分析例を紹介する。

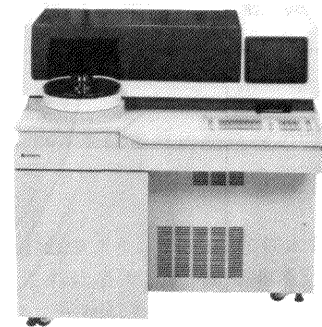
### 2. 測光方式

図1は705形の測光方式を示したものである。円盤形の反応ディスクに48個の反応容器を装着し、かつ1サイクル(20秒)毎に反時計方向に1回転+1反応容器が進んでは停止する作動をくり返す。反応容器の測光は、この1サイクル毎の反応ディスク回転時に光路を横切るので、この時全反応容器の吸光度測定が行われる。反応ディスク停止時には、血清の吐出、R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>の添加、および攪拌機構、反応容器洗浄機構が動作するようになっている。

705形の1つの反応容器に対する吸光度測定は、上記に記述したように反応ディスク回転毎に毎行われるが、演算に用いる吸光度としては、血清の入った反応容器に第一試薬(以下R<sub>1</sub>と略す。)添加後からの分析終了までの31回の測定データ(全反応過程測定方式)を測定法に応じコンピュータにより処理している。

### 3. 2ポイントアッセイの測定法

測定対象となる血清には、溶血した血清が含まれること



705形日立自動分析装置

がある。

溶血により血清中に混入した成分が測定に及ぼす影響の1つに、ヘモグロビン(以下Hbと略す。)の色による比色測定時の妨害がある。

従来はこの影響を取り除き、正確度を上げるため、的手法では検体盲検を検体毎に測定し補正してきた。また自動分析装置においては、分析項目に対し2つの分析チャンネルを用い、一方を検体ブランクの測定チャンネル、他方を分析項目用とし、この2チャンネル間の差引き演算により補正し結果を得ていた。

この方法では、検体ブランクを必要とする項目が増加するにつれ、多項目自動分析装置といえども実用上の分析チャンネルが減少するだけでなく、血清、試薬ともに倍量を要する。705形は、単一のチャンネルのみで検体ブランクを補正した分析結果の得られる測定機能を有する。この測定法が2ポイントアッセイ法である。図2に2ポイントアッセイの測定法を図解する。705形は、1つの反応容器に対し、31回の測定が行われることを前記したが、検体ブランクの吸光度測定は、血清の入った反応容器に第一試薬を添加した後、図2の測定ポイント14、15の位置で、検体発色後の測定は第二試薬(以下R<sub>2</sub>と略す。)添加後、30、31で行われる。これで得られた吸光度A<sub>14</sub>、A<sub>15</sub>およびA<sub>30</sub>、A<sub>31</sub>は、図2に示した計算により、ブランクを補正した分析結果を打出す。式中の(A<sub>15</sub>+A<sub>14</sub>-B<sub>15</sub>-B<sub>14</sub>)は、試薬ブランクを差引いた検体ブランクの吸光度を示し、(A<sub>31</sub>+A<sub>30</sub>-B<sub>31</sub>-B<sub>30</sub>)が試薬ブランクを差引いた検体発色後の吸光度である。試薬ブランクの吸光度(B)は、検体測定の時とは別に検量線作成時に測定した吸光度である。kは、14、15の測光ポイントにおける吸光度測定がR<sub>2</sub>添加前の測定となるため、この液

\* 日立製作所 那珂工場 応用技術センタ

\*\* 日立製作所 那珂工場 医用機器設計部

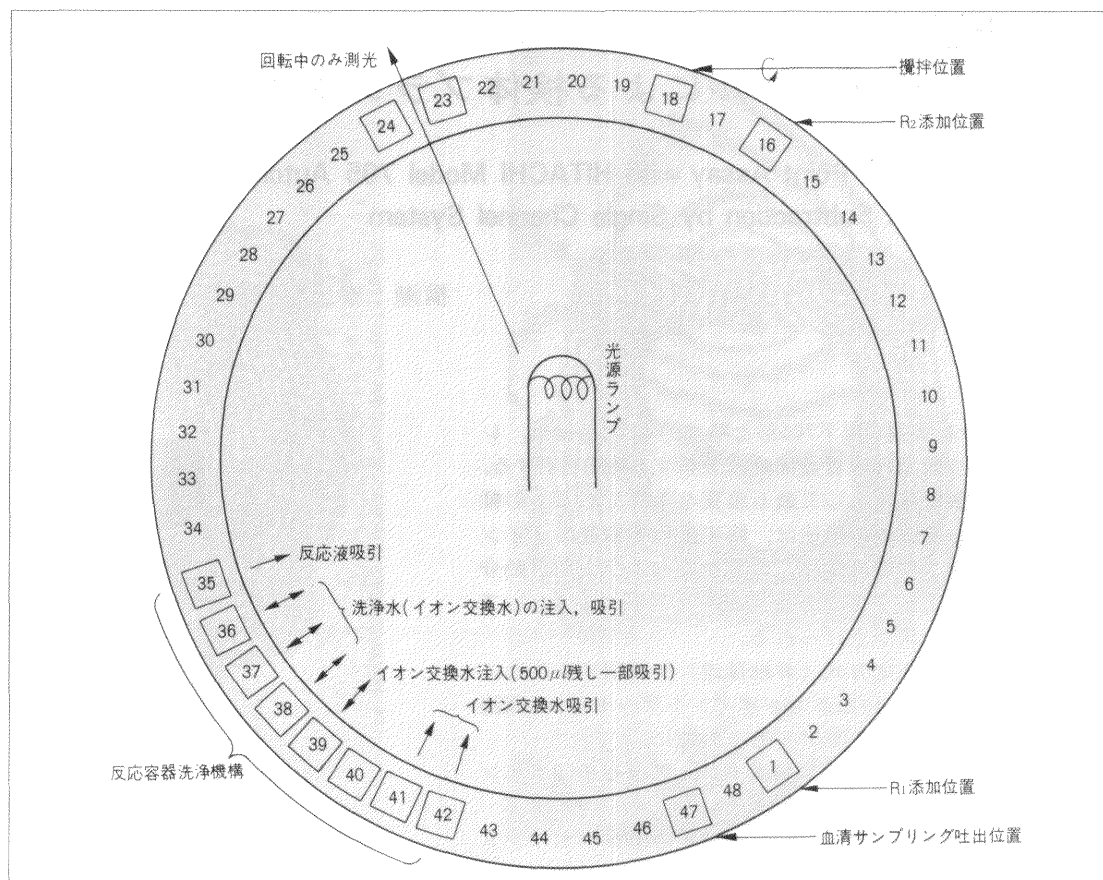


図1 測光原理

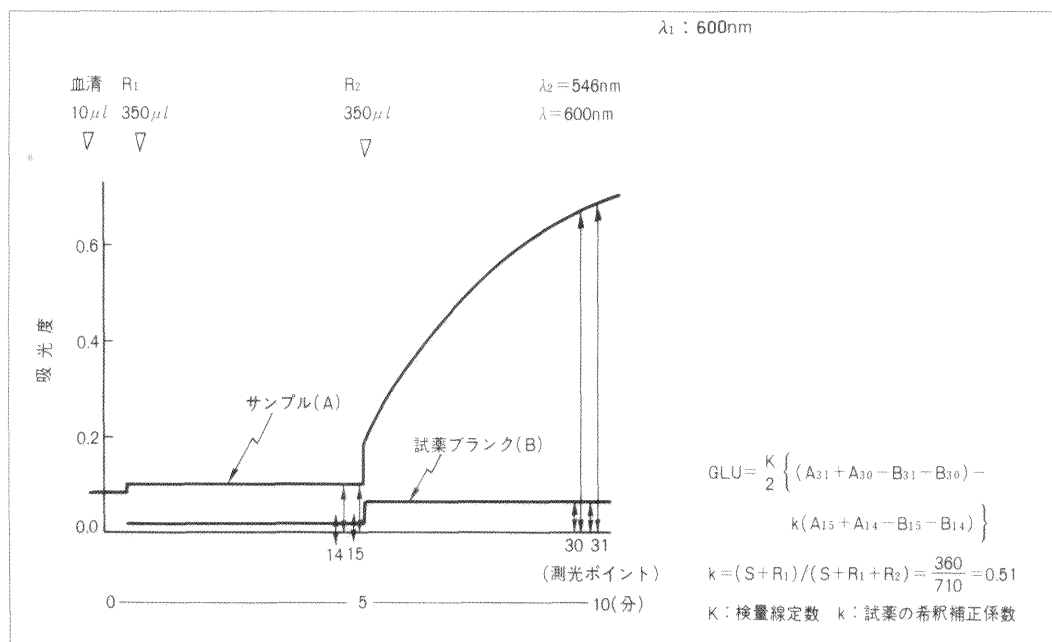


図2 2ポイントアッセイの測定法

量補正としての希釈補正係数であり、CRTから入力した検体量、試薬量からコンピュータで自動的に算出する。

#### 4. グルコース定量による測定例

コントロール血清に市販のHbを添加しグルコース定量を行い、Hbの色による妨害の補正について2ポイントアッセ

イ法と従来法とを比較実験した結果を示す。表1にグルコースの分析条件を、表2に2ポイントアッセイ法を行うための分析チャンネルの設定を示す。通常、このチャンネルセッティングは、CHANNEL NO.に対し1つのTEST CODEの入力になるが、この場合には2つの同一TEST CODEの

表1 グルコース分析条件

## 6. CHEMISTRY PARAMETERS

TEST CODE : GLU  
 ASSAY CODE : END POINT  
 SAMPLE VOLUME : 10  
 R<sub>1</sub> VOL. : 350  
 R<sub>2</sub> : 350-I  
 R<sub>3</sub> :  
 WAVELENGTH 1 : 600NM  
 WAVELENGTH 2 : 546NM  
 RGT.BLK.ABS : 0  
 RGT.BLK.CONC : 0  
 STD.CONC : 300-0-0  
 FACTOR : 0  
 STD.ABS.ALLOWANCE : 10%  
 NORMAL RANGE L : 0  
 NORMAL RANGE H : 0  
 ABS.LIMIT(RATE) : 0  
 CONTROL ID.NO. : 0-0-0

## WARNING

TEMP 37.0  
 S.NO 11

表2 分析チャンネルの設定

## 7. CHANNEL SETTING

CHANNEL NO. : 1  
 TEST CODE : 18-18

## WARNING

TEMP 36.9  
 S.NO 11

|        |           |           |         |
|--------|-----------|-----------|---------|
| 1: ACP | 11: CHE   | 21: GTP   | 31: TTT |
| 2: ALB | 12: CHO   | 22: HBD   | 32: UA  |
| 3: ALP | 13: CRE   | 23: I-BIL | 33: UN  |
| 4: ALT | 14: CPK   | 24: LAP   | 34: ZTT |
| 5: AST | 15: D-BIL | 25: LDH   | 35: A   |
| 6: AMY | 16: E-CHO | 26: MG    | 36: B   |
| 7: ALD | 17: F-CHO | 27: P     | 37: :   |
| 8: B-L | 18: GLU   | 28: P-L   | 38: NA  |
| 9: BIL | 19: GOT   | 29: TP    | 39: K   |
| 10: CA | 20: GPT   | 30: TG    | 40: CL  |

入力となる。試薬は市販のエンドポイント用のグルコースキットを用いた。この中の溶解液を2等分し、一方をR<sub>1</sub>とし、残り半分に酵素類を溶解（通常の2倍濃度）し、これをR<sub>2</sub>とした。

図3に、グルコース標準液の発色後の吸収スペクトルとHbをグルコース溶解液で希釈したHbの吸収スペクトルを示す。

図4は、96mg/dlのグルコースを含む正常血清（コントロール血清）と、これに各々200, 400, 600, 800, 1,000mg/dlとなるようにHbを添加した試料の発色後の吸収スペクトル

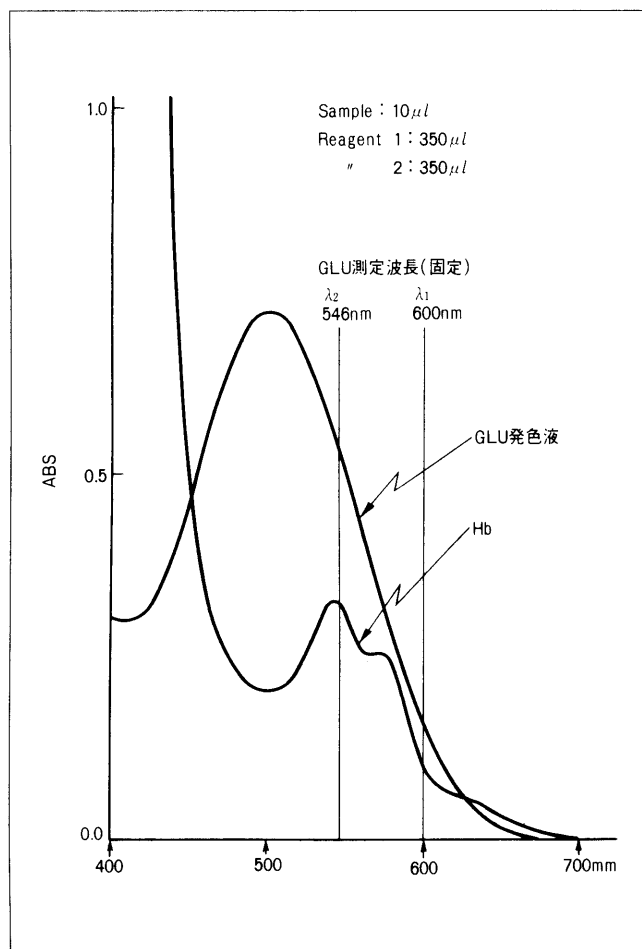


図3 GLU, Hbの吸収スペクトル

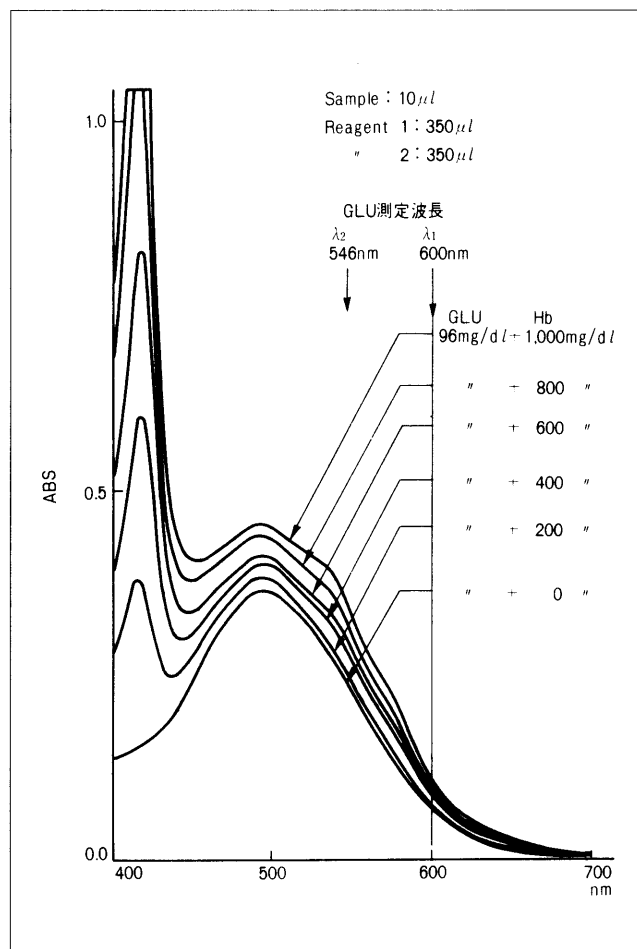


図4 一定量のGLUにHbを添加した時の吸収スペクトル

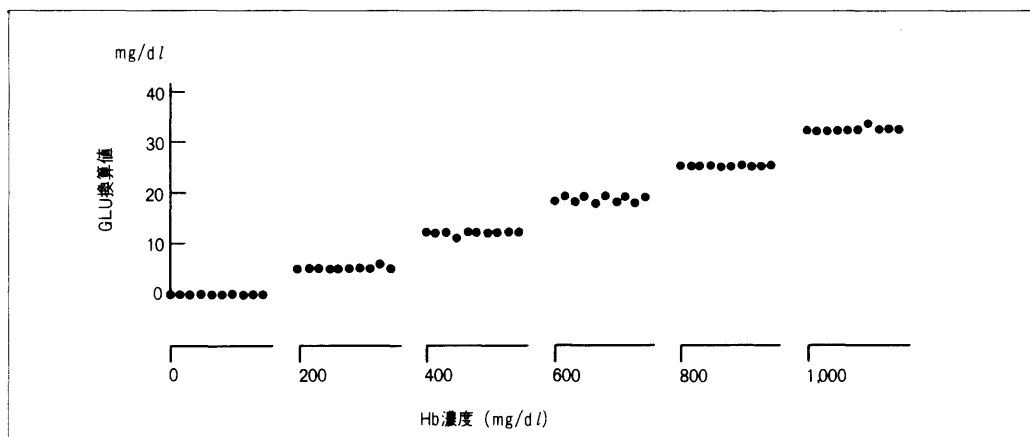


図5 Hb濃度とGLU換算値の関係

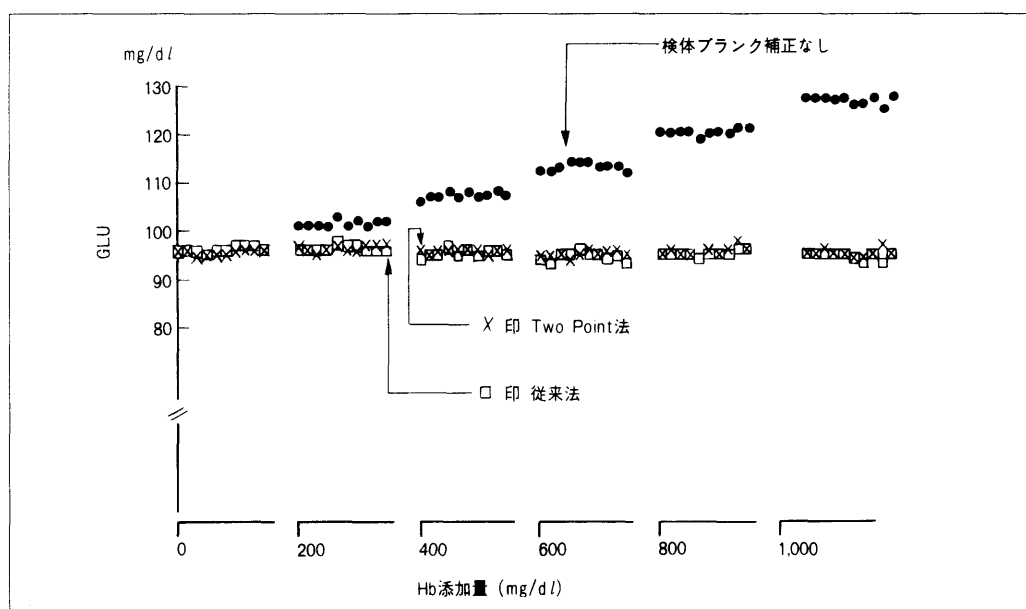


図6 2ポイントアッセイ法と従来法の検体ブランク差引きの比較

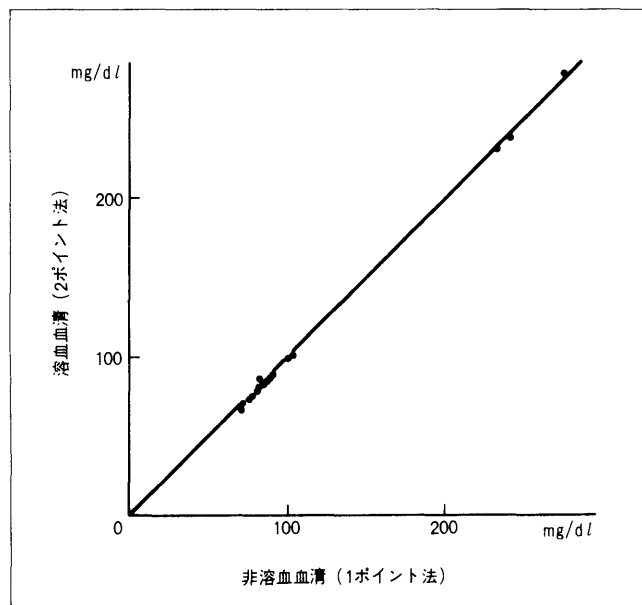


図7 溶血血清と非溶血血清の比較結果

である。グルコースの測定波長 $\lambda_2=546\text{nm}$ 、 $\lambda_1=600\text{nm}$ においてHbの吸収スペクトルが重なっている。すなわちHbの影響により測定結果に正誤差を与えることを示している。

図5は、Hbのグルコースの測定波長における吸光度をグルコース濃度に換算した値である。図6は、GLU濃度 $96\text{mg/dl}$ の検体に、Hb濃度 $200, 400, 600, 800, 1,000\text{mg/dl}$ を添加し、2ポイントアッセイ法と従来法とを比較測定した結果である。

図7は、血液を二分し、一方から澄明な血清を分離し、他方は溶血させた血液から溶血血清を分離し、1ポイント測定と2ポイント法による測定結果とを比較したものである。

##### 5. まとめ

図7の結果からも明らかなように、2ポイントアッセイ法を用いることにより、Hbによる測定誤差を解決することができるものと思われる。さらに、Hb以外の色調により測定値に影響を及ぼす黄疸血清、乳び血清などの検体測定についても正確度の高い測定結果を得ることが可能であろう。



## 解 説

## S-800形日立電界放射形走査電子顕微鏡

## HITACHI Model S-800 Field Emission Scanning Electron Microscope

斉藤 尚武\* 中泉 泰\* 山田 満彦\*\*

(昭和58年1月13日受理)

## 1. はじめに

電界放射形電子銃を搭載した超高分解能走査形電子顕微鏡「S-800形」を製品化した(図1)。本装置は、物体表面の形態観察や元素分析を行なう装置で、高輝度・長寿命および点電子源である電界放射形電子銃の特長を生かし、2nmの超高分解能を得ている。

本装置は電子銃内電極の清浄化処理装置や三段差動排気系の開発により、放射電子流の5倍の大電流化と3倍の安定度向上を図った装置で、これにより明るい画像を早い走査で長時間観察することが可能になった。さらに観察試料は50mmφ×20mmHのものまで搭載でき、凹凸の激しい各種試料にも対応できる構造となっている。

電気系にはマイクロコンピュータを内蔵し、電界放射形電子銃の自動操作、電子銃・レンズ系の最適値制御、50,000倍以上の高倍率まで動作する自動焦点合せ、電子レンズの収差補正用ダイナミックスティグマモニタや、倍率など各種データの自動表示/記録装置など、数多くの新機能を開発し、性能と操作性の大幅な向上を図った超高分解能装置である。

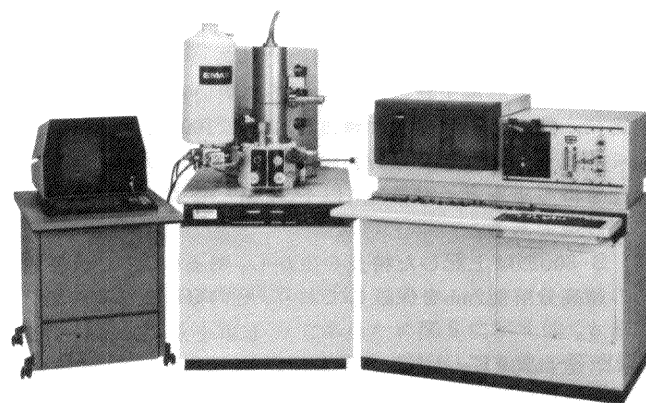


図1 S-800形電界放射形走査電子顕微鏡

## 2. 特 長

## (1) 2nmの超高分解能を保証

電界放射形電子銃の原理図を図2に示す。この電子銃は陰極と第1陽極および第2陽極で構成される。陰極は単結

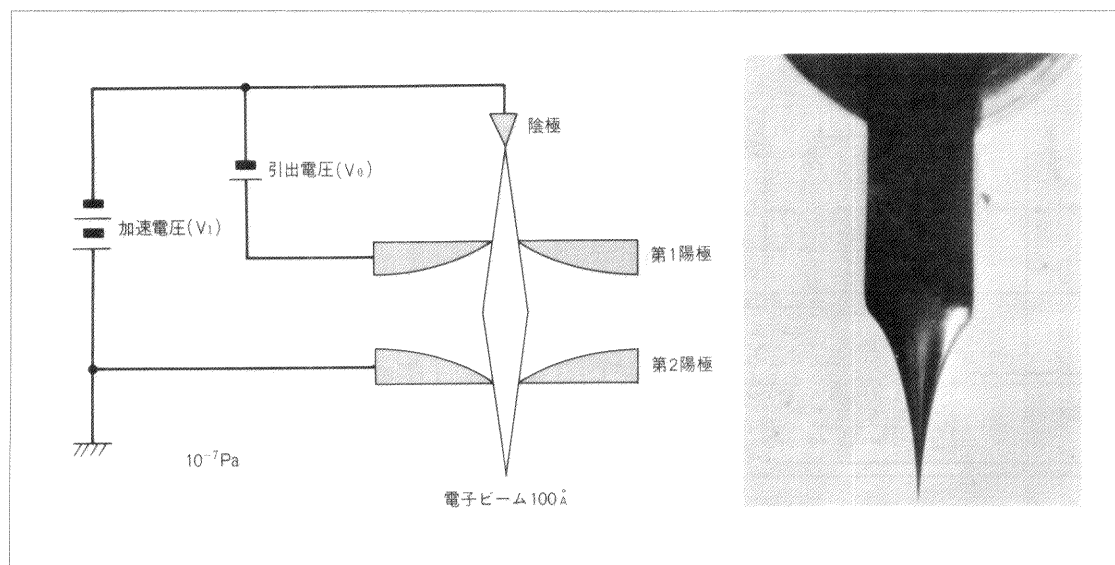


図2 電界放射電子銃の原理図

\* 日立製作所 那珂工場 電子装置設計部

\*\* 日立製作所 那珂工場 応技センタ

表1 各電子源の比較

| 電 子 源                      | FE               | LaB <sub>6</sub> | タングステン/<br>フィラメント |
|----------------------------|------------------|------------------|-------------------|
| 項 目                        |                  |                  |                   |
| 輝 度(A/cm <sup>2</sup> ·sr) | 10 <sup>9</sup>  | 10 <sup>7</sup>  | 10 <sup>6</sup>   |
| 電 子 源 径(A)                 | <10 <sup>2</sup> | 10 <sup>3</sup>  | >10 <sup>5</sup>  |
| エネルギー幅(eV)                 | 0.2              | 1.0              | 1.0               |
| 寿 命(h)                     | >1,000           | 1,000            | 40                |
| 真 空 度(Pa)                  | 10 <sup>-7</sup> | 10 <sup>-5</sup> | 10 <sup>-3</sup>  |

晶のタングステンの先端をすどく研磨したものを用い、この陰極と第1陽極間に引き出し電圧( $V_1$ )を印加し、陰極先端より電子を電界放射させる。さらに放射された電子は加速電圧( $V_0$ )で加速される構造である。

電界放射形電子銃は、一般に多く用いられる熱電子銃と比べ、表1に示す如く、輝度・寿命は100~1,000倍以上良く、電子源の大きさは1/1,000と小さいことから、超高分解能を得る走査電子顕微鏡(以下SEMと略す。)の電子源として最適である。

S-800形は上記した特長を生かし、明るい像で、世界最高の超高分解能2nmを保証しており、その分解能写真を図3に示す。

## (2) 全自動FE-GUNコントロール

電界放射形電子銃(以下FE-GUNと略す)の操作は図4に示す如く、CPUにより完全に自動コントロールされる。すなわち、スタートスイッチを押す操作のみで、①フラッシング、②加速電圧の印加( $V_0$ -ON)、③引き出し電圧の印加( $V_1$ -ON)、④放射電子流の設定(Emission Set)操作が自動的に行なわれ、かつ各操作ステップは最適値に制御され、ただちに像観察に移れる。熱電子銃のようなフィラメントの飽和点の設定は必要なく、最も単純なプッシュボタン操作を可能にした。

## (3) オプティマム レンズ コントロール

レンズ系は図5に示す如く、FE-Gunのバトラー型静電レンズと、収束レンズおよび対物レンズの縮小レンズ系を

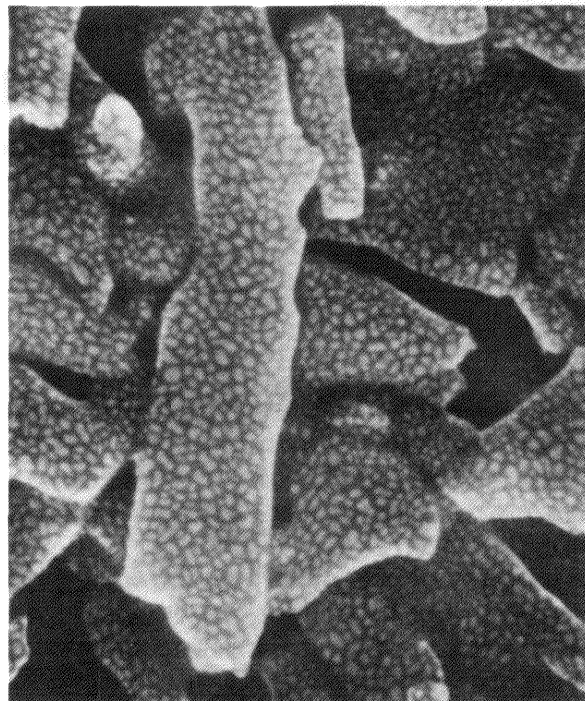


図3 金蒸着磁気テープ(倍率150,000倍)

採用している。FE-Gunの加速電圧( $V_0$ )および引出し電圧( $V_1$ )を変えた時、仮想光源位置が変化しても、CPUにより収束レンズおよび対物レンズはオプティマムな条件に設定されるので、レンズ条件を考えて操作する必要がない。さらに操作パネルのオートフォーカス・スティグマモニターの組合せにより、ボタン操作でシャープな像が簡単に得られる。

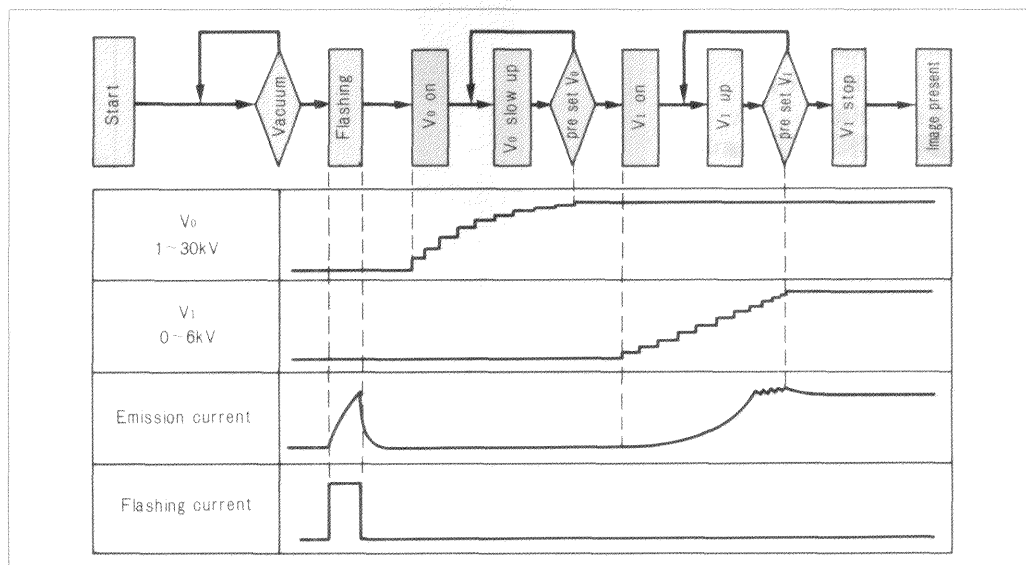


図4 全自動FE-Gunコントロール

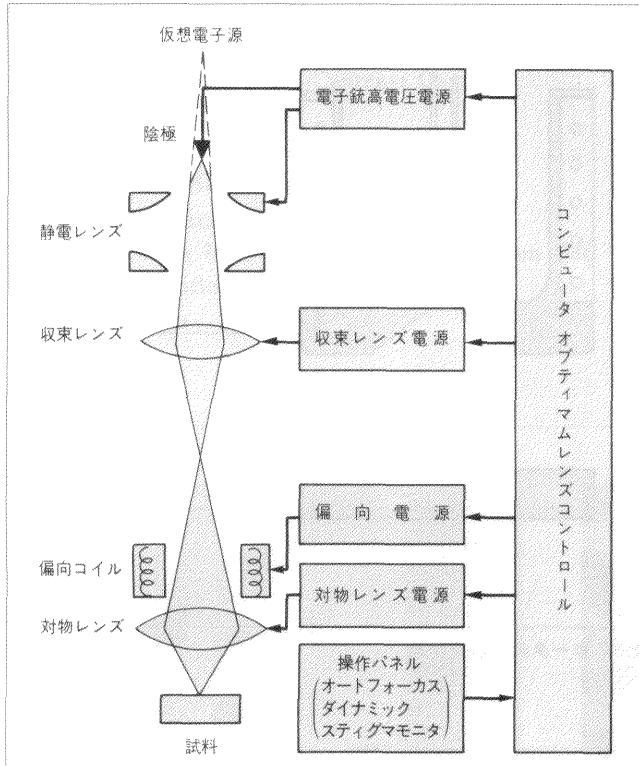


図5 オプティマムレンズ コントロール

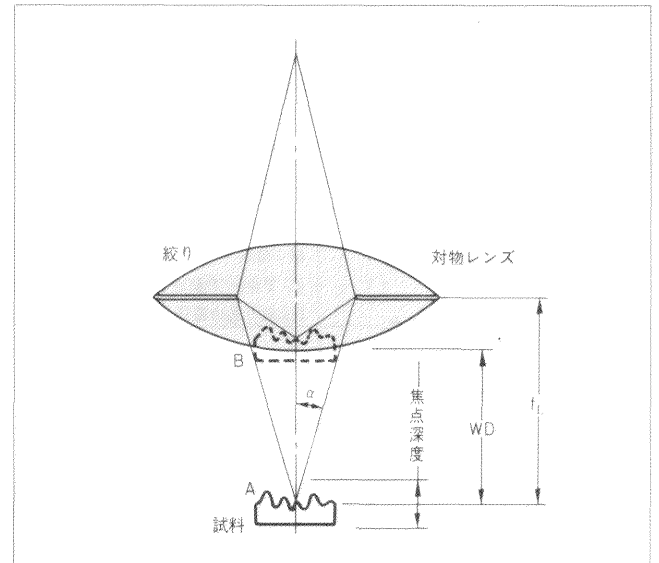
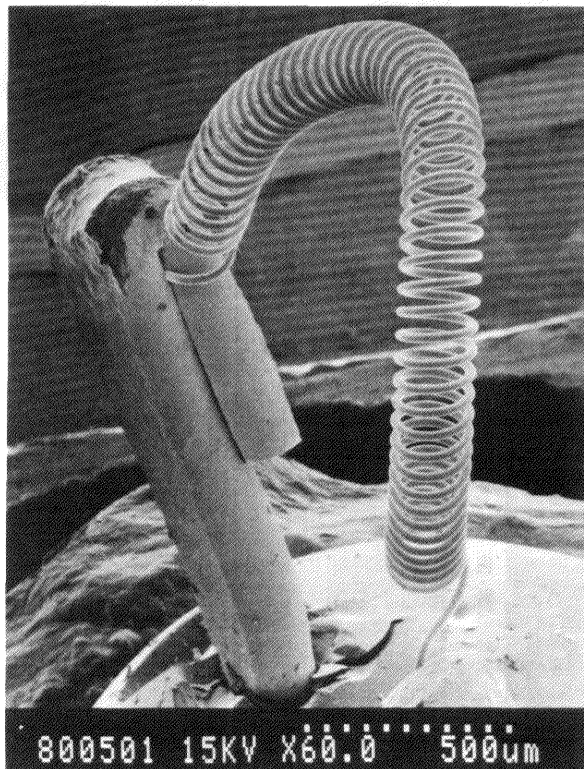


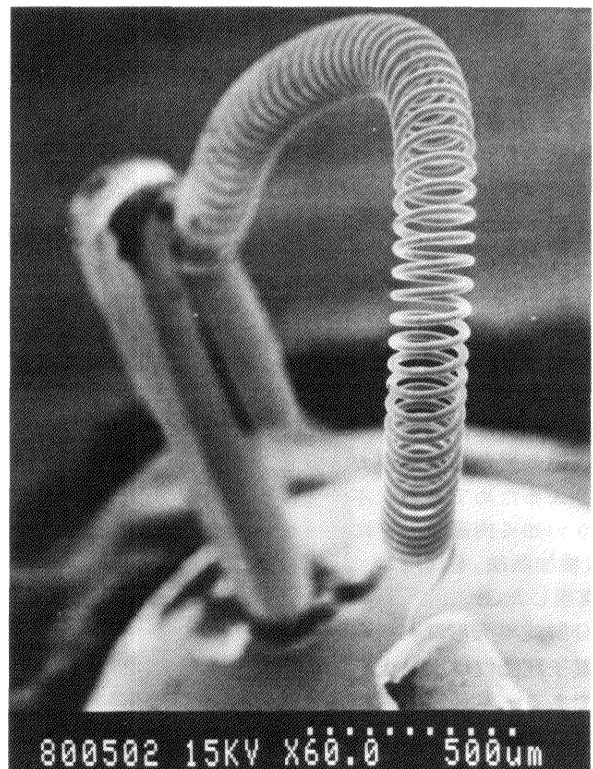
図6 試料位置と焦点深度

## (4) 長焦点深度の画像観察が可能

FE-Gunは、微小電子源であるため図6に示す如く、試料を対物レンズの外に設置（A位置）しても高分解能観察が可能であり、かつ深い焦点深度の像が得られる。こ



(a) 深い焦点深度



(b) 浅い焦点深度

図7 焦点深度の差を示す例(白熱電球のフィラメント)

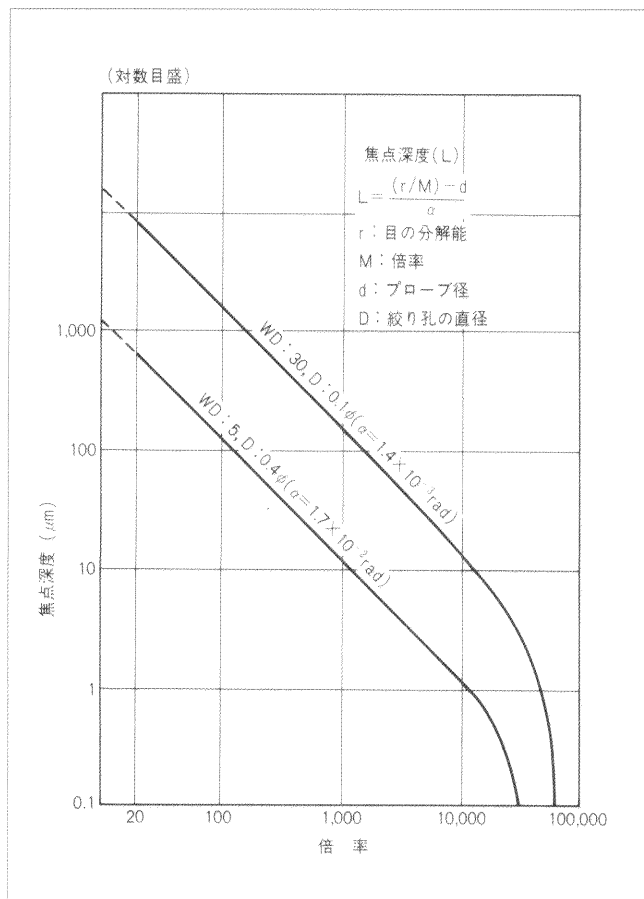


図8 倍率と焦点深度の関係

の為凹凸のはげしい試料表面をより立体的に観察することが可能で、しかも大形試料を取扱うことができる。図7は白熱電球用フィラメントを観察した例で、長焦点深度の像では、フィラメント全体がはっきりと観察できる。又、本装置で得られる倍率と焦点深度の関係を図8に示す。焦点深度は最大7mm(倍率20)が得られる。

#### (5) クリーンアノード採用による新形FE-Gun

安定な電界放射電流を得るために、電子銃室は超高真空が必要である。さらに大電流を得るためには、放射電流によって衝撃される陽極表面を完全に清浄化する必要がある。これは陽極表面からの離脱ガス分子が電流の安定性に悪い影響を与えるためである。本装置はこの陽極清浄化のために、図9の如く内蔵ヒータによって陽極を高温に加熱する「陽極直接加熱法」を採用し、定定的大電流が得られるFE-Gunを実現した。

#### (6) 高分解能で大形試料観察が可能

走査電子顕微鏡はより大形試料の観察を可能にすることが必要である。本装置は、超高分解能走査電子顕微鏡としては最大の50mm径、20mm高さの試料観察ができる。しかも、これは試料交換装置を通して交換可能である。

試料ステージは耐振性を向上させ、さらにニューマチック方式によるステージロック機構を設けた。図10に試料室の外観を示す。

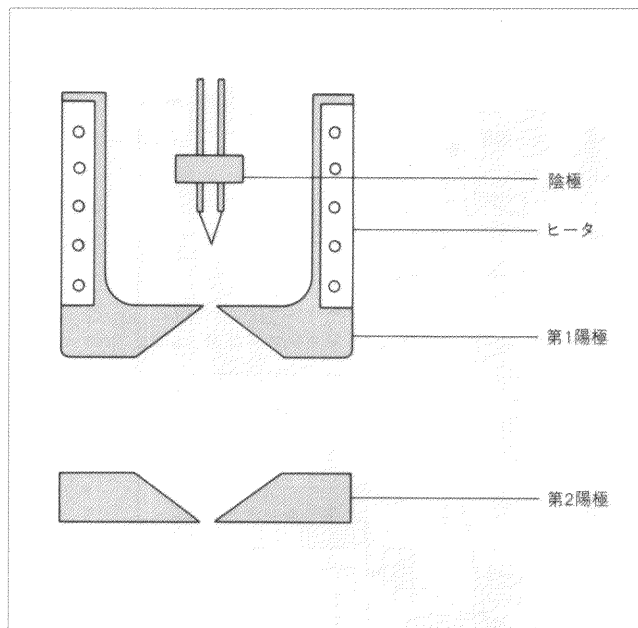


図9 ヒータ内蔵形電子銃

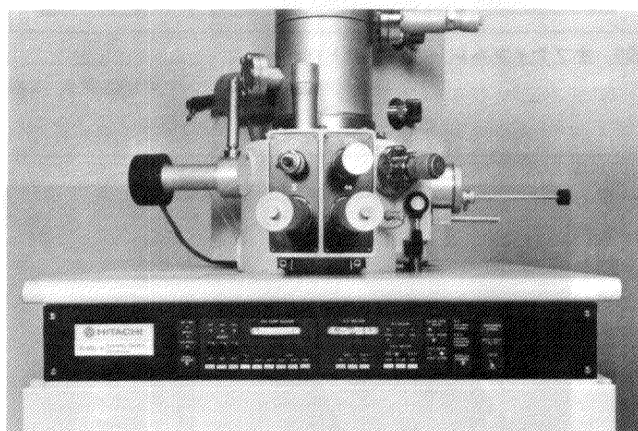


図10 大形試料ステージ

#### (7) スーパーオートフォーカス

従来の装置では、加速電圧、WD(ワーキング ディスタンス)を変化させたときのプリセット焦点合せ補正のことをオートフォーカスと呼んでいたが、本装置のオートフォーカスは、ワンタッチボタン操作で、任意の試料位置において、自動的に短時間に正確な焦点合せが可能である。この為、数万倍以上の倍率でも自動焦点合せが可能である(図11)。

#### (8) ダイナミック スティグマモニタ

走査像観察の操作で、熟練を要するものの一つに非点収差補正がある。ダイナミックスティグマモニタは、CRT上にXYのクロスラインが表示され、CRT上の画像の焦点の合っている部分をクロスラインに合わせるだけで非点収差が補正され、誰にでも簡単にシャープな画像が得られる機能である(図12)。



## (9) コンピュータによる機能，操作性の向上

- (a) Auto Mag. Indicator
- (b) Auto Brightness and Contrast Control
- (c) Auto Data Indication
- (d) Dual Mag./Split Screen Image Display
- (e) Twinkey Mag. Control
- (f) Analysis Area Finder
- (g) Real Time Image for Spot /Line Position Set
- (h) EDX Position
- (i) Data Entry Keyboard.

## 3. ま と め

以上説明した如く、S-800 形は電界放射形電子銃の特長を生かした超高分解能と、マイクロコンピュータの採用により機能と操作性を大幅に向上した装置であり、あらゆる産業分野や研究分野に活用されることが期待できる。最後に、本装置の主な仕様を下記に示す。

## 4. 主な仕様

分解能：2nm

加速電圧：1～30kV(1kVステップ)

倍 率：×20～300,000

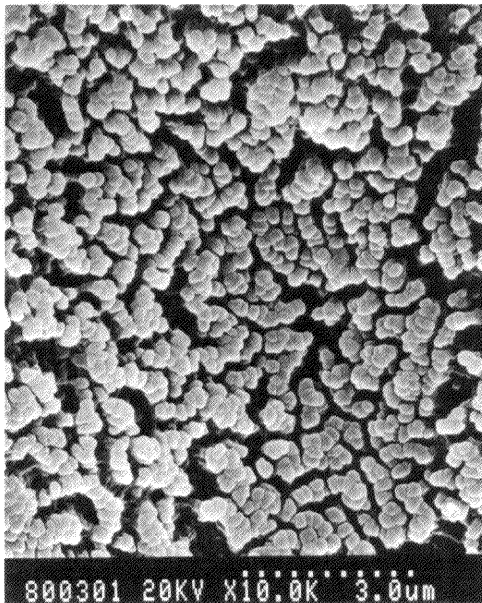
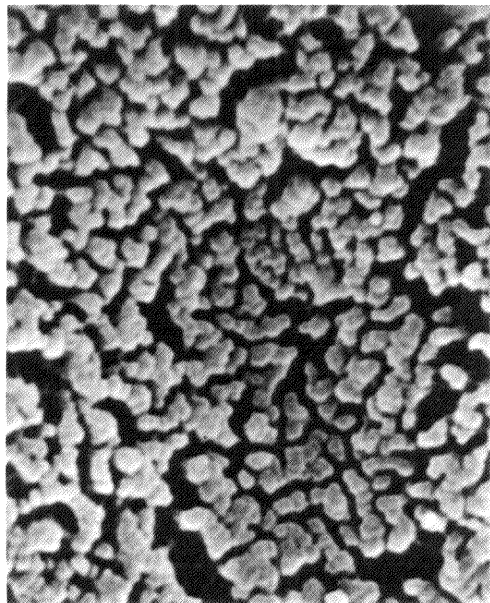
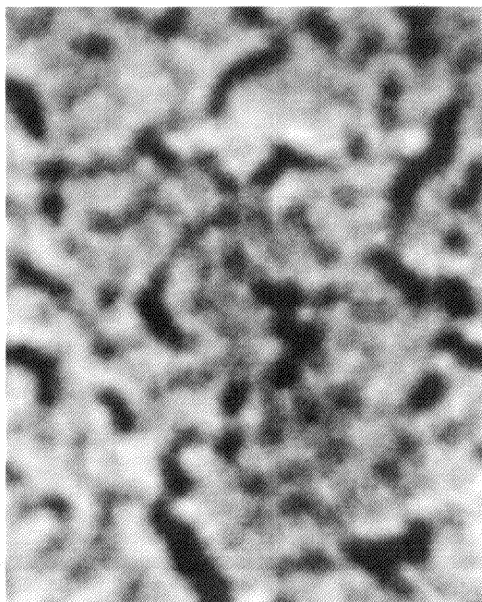
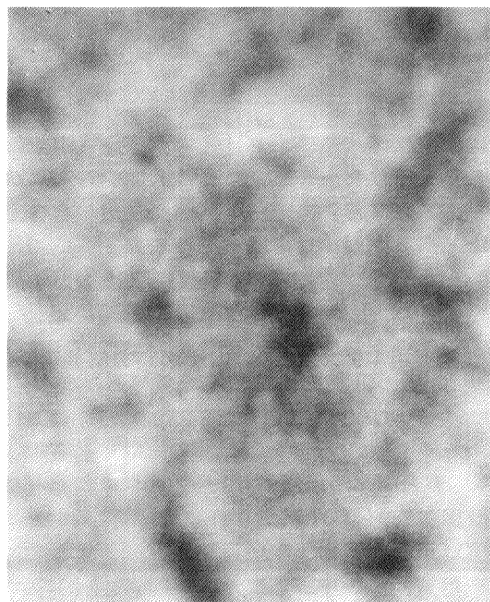


図11 スーパーオートフォーカス(試料はラット腸の微じゅう毛)



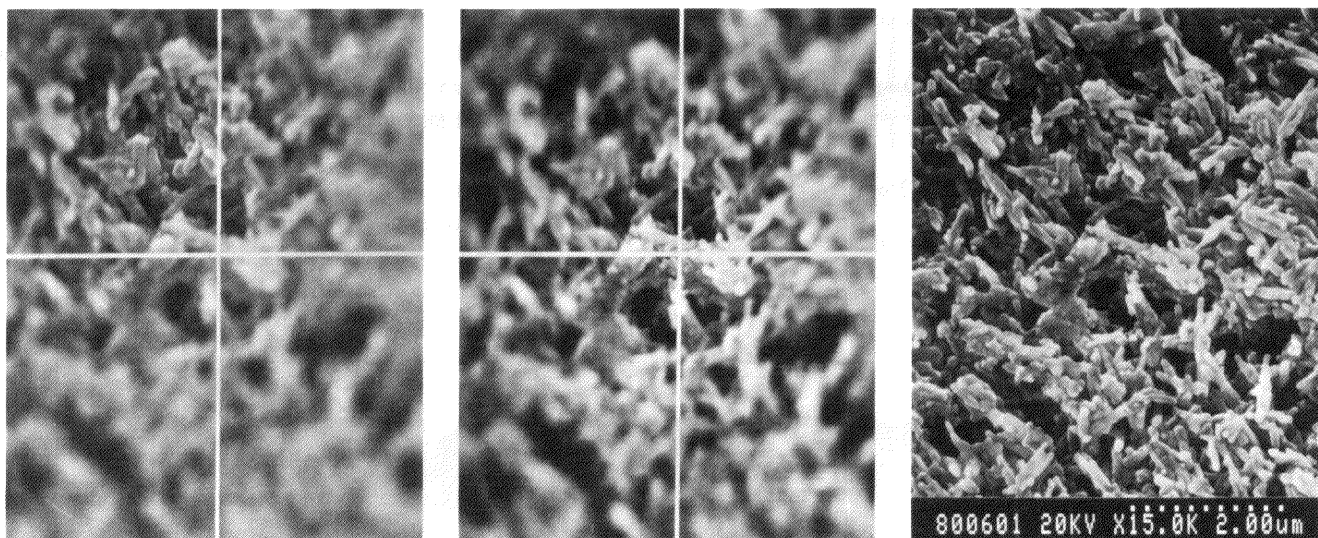


図12 ダイナミック スティグマ モニタ

電子銃：電界放射形(全自動CPU制御方式)

試料ステージ：X Y 移動；25mm

T：-5 ~ 45°

R：360°

Z：5 ~ 30mm

試料サイズ：50mm φ × 20mm H

C R T：観察用；9"×2 撮影用；超高分解能形

操作モード：オートフォーカス、ダイナミックスティグマ  
モニタ、全自動データ表示

## Topics

### 150-20形日立ダブル ビーム分光光度計

日立では普及形の紫外可視ダブルビーム分光光度計として、124形、200形シリーズ、100-50/60形、220S/220A形、228形を販売してまいりました。

この度このシリーズの新機種として低価格版の150-20形ダブルビーム分光光度計を完成しました。これはCRTとキー操作部からなる専用コンピュータ制御部を装備した分光光度計で、CRTとの徹底した対話形式操作を実現し、通常測定の実験条件を記憶保存することができ、操作性を一段と向上させまし



150-20形日立ダブルビーム分光光度計

た。

数々の特長のうち代表的なものは次の通りです。

#### (1) CRTの機能をフルに活用

現在の波長／測光値の表示、測定条件の表示、スペクトルや経時変化などのデータの表示、及びそれらの二次処理等を12インチのグラフィックディスプレイに集約、その機能をフルに活用しました。

#### (2) 対話形式による操作

操作手順がCRT下段に表示されます。取扱説明書を特に必要としません。

#### (3) 20項目の実験条件を記憶

測定能率の向上と誤りのない操作ができ、信頼性の高いデータを約束します。

#### (4) 最もシンプルなダブルビーム光学系

日立の誇る収差補正凹面グレーティングを軸にした低速光、高効率の光学系を採用しています。

#### (5) 大形試料室

各種の実験用途に対応できる大形試料室を備え、広範囲にわたるアプリケーションの拡張性を持っています。

#### (6) 豊富な特別付属品

種々の試料室の付属品の他に、プログラムパッケージも用意されています。

#### (7) アナログ信号出力付

測光値に対するアナログ信号が取り出せます。

# R-90H形日立フーリエ変換核磁気共鳴装置

## HITACHI Model R-90H FT-NMR Spectrometer

横川 浩\* 服部 忠鉄\* 笹瀬 仁\* 高比良 禎資\* 七字 邦夫\* 池辺 義紀\*\*

(昭和58年1月13日受理)

### 1. はじめに

フーリエ変換核磁気共鳴装置(FT-NMR)は、有機化合物を取り扱う理学・工学・薬学の研究室、更に医薬・農業・食品・石油化学など広範な分野の研究室で、物質(分子)の構造解析、定性・定量分析を行なうのに不可欠な機器分析装置として利用されている。試料を非破壊で分析でき、分子の運動状態や変化を捕える一方法として生産科学・医学の分野でも脚光を浴びている。

このような利用分野の拡大に伴い、高性能であると同時に操作性の良い装置の出現が強く望まれている。今回製品化したR-90H形日立フーリエ変換核磁気共鳴装置は、これらのニーズに応える為コンピュータ技術をフルに活用して測定の自動化を進め、ルーチン分析に誰でも手軽に操作でき、いつでも高分解能を得られる汎用FT-NMRである。

図1にR-90形の外観を示す。

### 2. 装置の構成

R-90H形の構成図を図2に示す。R-90Hシステムは機能的に(1)磁石・プローブ、(2)送受信部、(3)データ処理部に大別される。

#### (1) 磁石・プローブ

磁石は高エネルギー積( $7.2 \times 10^6$ エルステッド)の異方性アルニコ永久磁石材(日立HiMAG II)を使用した永久磁石で、設定温度35°Cの恒温槽内で温度変化 $\pm 1/100^\circ\text{C}$ 以下に保温されている。Fe-Co系高透磁率・高均質ポールピースの採用と、11個の補正項を持つ磁場補正電流シム(ゴーレイコイル)を併用して、 $2 \times 10^{-9}$ (0.2Hz)以上の高い磁場均一度が得られる。

ゴーレイコイルは、超薄形多層基板技術を駆使して作製された11個のコイルを組合せた多層コイルで、直交性に優れ、永久磁石の安定性と相俟って分解能自動調整機能の実用化が達成された。

プローブはインサート交換方式を採用し、1.7mmφ、5mmφ、8mmφの各種インサートを測定に応じて選択できる。

#### (2) 送受信部

送受信部はデータ処理部と類似したバスラインを持ち、トランスミッタ周波数・受信器ゲイン・試料温度など殆ど全てのNMRパラメータがコンピュータによりコントロールされる。

トランスミッタは観測系・ロック系・デカップラ系の三系統あり、各系は共通の10MHzマスタークロックをベースに作られる種々の周波数成分を直接合成する方式を採用して

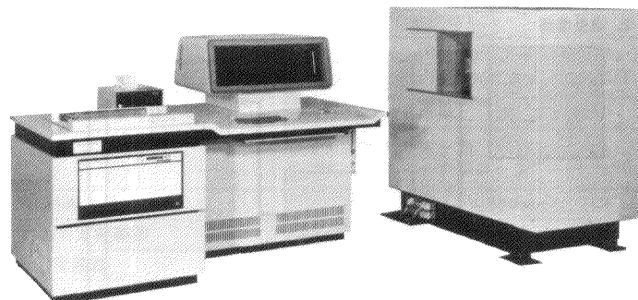


図1 R-90形日立フーリエ変換核磁気共鳴装置

いる。この方式では、周波数のゆらぎが少なく、各系の周波数が完全な相関を持つ為、測定スペクトルは周波数変動の影響を受けない。

受信器は観測系・ロック系の二系統ある。観測系受信器は互いに90°位相の異なる2つのチャンネルを持ち、FID信号を複素信号として検出する。データ積算時、両チャンネルの位相を交換し、チャンネル間の周波数特性・振幅特性のわずかな差異を平均化し、除去する。

#### (3) データ処理部

データ処理部は、中央制御装置(日立HITAC 10HIL)を中心に5Mワード磁気ディスク、32kワードICメモリ、6800マイクロコンピュータを含む入出力部、NMRインタフェースから構成されており、R-90Hシステム全体のコントロールセンターとして機能している。その機能は、

- (a) 対話形式による入出力・ジョブコントロール
- (b) 測定データのデータ処理・管理
- (c) 送受信部の制御

である。

5Mワード磁気ディスクは、固定ディスク2.5Mワード、可変ディスク(カートリッジ)2.5Mワードに分かれ、固定ディスク部分はプログラムやワーキングエリア、可変ディスク部分は保存データのファイルに使用される。このディスクの大容量・高速性により多重処理(4重迄可能)、測定データの自動データファイリング、自動測定などが可能となった。

### 3. 特長

#### (1) 省エネルギーシステム

高分解能FT-NMRでは、長時間にわたってデータの積算を行なう為、非常に安定な磁場が要求される。R-90Hでは永久磁石を使用しており、僅か60Wの恒温槽内に保温するのみで十分に安定な磁場を得ることができる。

\* 電装設備

\*\* 応技センター

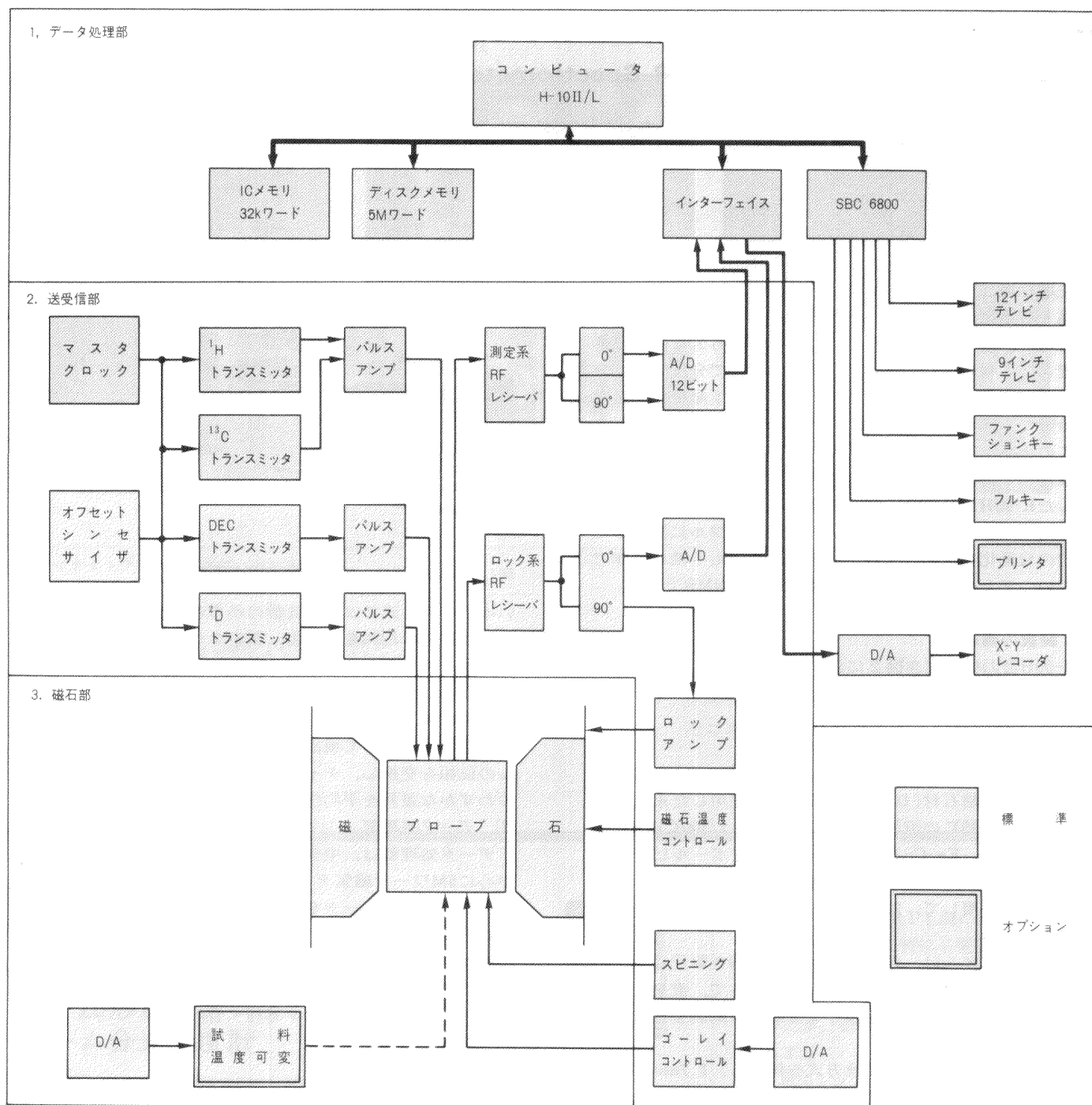


図2 R-90H形の構成図

同等なシステムを電磁石で実現した場合、5~10kW程度の励磁電源、給排水設備、冷却水制御装置などが必要となり、維持費がかかると共に、定期的な保守点検も必要となる。

R-90Hの維持費は、電磁石方式の場合に比べて約1/10~1/20と少なく、且つ特別な保守点検は不要である。

#### (2) 自動ロック・自動分解能調整

高分解能FT-NMRでは、測定に先立ち磁場のロックオン及び分解能調整が必要である。特に分解能調整は熟練を要

し、測定データの質を決定する最も大きな要因である。

今回、日立独自の永久磁石の安定性、直交性に優れたゴーレイコイル、システムの徹底的なコンピュータコントロール化の組合せにより、ロックオンの自動化及び分解能調整の自動化を実現した。

使用する溶媒の種類を指定し、ロックオンを指示することによりコンピュータが磁場を掃引、ロックオン信号の検出を行ない、自動的にロックオンし磁場を固定する。

ロックオン後、ロックオン信号の大きさをモニタし、分

解能が自動的に調整される。コンピュータはゴーレイコイルの2つのコイル(Y, B項)の電流値を変化させ、ロックオン信号が最も大きくなるよう最適値を選ぶ。

長時間積算中分解能が低下し、ロックオン信号強度が一定値以下になった時には、積算を中断し、分解能を再調整した後積算を続行することも出来る。これにより $^{13}\text{C}$ 核測定時の長時間分解能安定性を従来の0.6Hz/12hrsから0.2Hz/12hrsへ大幅に改善できた。

### (3) 充実したソフトウェア

90MHzクラスのFT-NMRとして、初めて5Mワードの容量を持つ磁気ディスクを標準装備し、その大容量・高速性を利用した数多くのソフトウェアを組み込んでいる。

5Mワード磁気ディスクは、2.5Mワード固定ディスクと2.5Mワード可変ディスクより構成されている。測定データはFID信号として固定ディスク内に自動的にファイルされる(オートファイリング)。このファイルは最新のデータを先頭に登録し、古いデータが順次自動的に消去される。ファイル可能なデータ数は16kポイントのデータで72データである。このファイルを利用すれば、データ収集を先行して行ない、後に多くのデータをまとめて処理できる便利さがある。更にデータを保存する場合、可変ディスクに転送し、可変ディスク1枚当たり16kポイントのデータで最大148データ保存できる。FID信号の形で保存できるので、後刻、追加積算・再処理が自由に行える。

オートファイリング機能とNMRパラメータの徹底したコンピュータコントロール化により、多様な自動測定が可能となった。測定周波数、励起パルスの位相、デカップラ周波数、パワー、試料温度などの測定パラメータやデータ積算のパラメータをあらかじめ登録しておく、これらをコンピュータコントロールにより順次設定しながら測定し、連続してデータをファイルする。試料の変化を長時間にわたってトレースする事も可能である。

本データ処理システムは4種類の仕事を並行して実行できる。例えば測定データの処理(FFTその他の演算など)を実行しながら、同時に処理済データのレコーダ記録、プリンタ出力が可能である。更に多重処理積算システム(オプション)の追加により、次のデータ収集も同時に実行できる。この多重処理機能により、データ処理能力が格段に向上した。R-90Hは大量データ収集・高速処理に適したシステムである。

R-90Hでは各種のテーブルが用意され、操作性を高めている。例えば測定核種、測定モード毎に標準的な測定条件がメニューの形で用意されており、複雑な応用測定モードでもメニューを指定するだけで容易に誤り無く実行できる。ユーザーが独自に作成した測定条件もテーブルとして登録でき、最大32テーブル登録可能である。

最高分解能が得られるゴーレイコイル電流値は、プローブのインサート毎に若干の差異がある。その為、インサート交換時、分解能調整が必要であるが、R-90Hでは各インサート毎に最高分解能を得られるゴーレイコイル電流値をテーブルの形で登録でき、インサート交換時このテーブルを指定するのみでゴーレイコイル電流値が自動的にセットされ、最高分解能が得られる。

## 4. 主な仕様

R-90H形の主な仕様は以下のとおりである。

### (1) 性能仕様

(\*はオプション)

|                         |                                                                                                                                    |
|-------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 磁 場                     | 2.114テスラ(21,140ガウス)<br>恒温槽付永久磁石                                                                                                    |
| 標準測定核種                  | $^{13}\text{C}$ , $^1\text{H}$ , 多核種*                                                                                              |
| 共鳴周波数                   | $^{13}\text{C}$ : 22.6MHz, $^1\text{H}$ : 90.0MHz<br>5~36MHz* 84~90MHz*                                                            |
| 分 解 能                   | $^{13}\text{C}$ : $\leq 0.2\text{Hz}$ (8mm $^{13}\text{C}$ 専用プローブ)<br>$^1\text{H}$ : $\leq 0.2\text{Hz}$ (5mm $^1\text{H}$ 専用プローブ) |
| 分解能安定度                  | 0.2Hz/12h( $^{13}\text{C}$ 観測時)                                                                                                    |
| 感 度                     | $^{13}\text{C}$ : $\geq 100$ (8mm $^{13}\text{C}$ 90%エチルベンゼン)<br>$^1\text{H}$ : $\geq 75$ (5mm $^1\text{H}$ 1%エチルベンゼン)             |
| スピニングサイドバンド             | $\leq 1\%$ (5mm $^1\text{H}$ 専用)                                                                                                   |
| ロック方式                   | $^2\text{D}$ インターナルロック<br>$^2\text{D}/^{19}\text{F}$ エクスターナルロック*                                                                   |
| 90°パルス幅                 | $^{13}\text{C}$ : $\leq 30\mu\text{sec}$ / $^1\text{H}$ : $\leq 30\mu\text{sec}$                                                   |
| 観測周波数範囲                 | 20kHz, 200kHz*                                                                                                                     |
| A/D変換器                  | 12ビット, 16ビット*                                                                                                                      |
| 観測周波数設定                 | 50kHz (10Hzステップ)                                                                                                                   |
| ロック周波数設定                | 50kHz (10Hzステップ)                                                                                                                   |
| デカップリング周波数設定            | 50kHz (0.1Hzステップ)                                                                                                                  |
| $^1\text{H}$ ホモデカップリング  | 可能, 3重共鳴*                                                                                                                          |
| $^1\text{H}$ ヘテロデカップリング | 完全デカップリング,<br>オフレゾナンスデカップリング<br>選択デカップリング,<br>ゲートッドデカップリング                                                                         |
| $^1\text{H}$ ヘテロデカップラ出力 | 10W                                                                                                                                |
| 試料温度可変*                 | -100℃ ~ +200℃                                                                                                                      |
| 自動分解能調整                 | Y, B                                                                                                                               |
| 自動ゲイン調整                 | 可能                                                                                                                                 |
| コンピュータ                  | HITAC-1011L                                                                                                                        |
| 記憶容量                    | 32kワードICメモリ<br>5Mワード磁気ディスク                                                                                                         |
| 最大積算回数                  | 50万回 (AD12ビット精度)                                                                                                                   |
| 積算語長                    | 32ビット                                                                                                                              |
| 多重処理                    | 4重処理まで可能                                                                                                                           |
| 処理チャンネル                 | 2チャンネル                                                                                                                             |
| 自動測定                    | 16kポイント×50データ                                                                                                                      |
| 自動データファイル               | 16kポイント×70データ                                                                                                                      |
| カートリッジデータファイル           | 16kポイント×140データ/カートリッジ                                                                                                              |
| 記 録 計                   | XYレコーダ                                                                                                                             |
| 記録精度                    | $\pm 0.2\%$                                                                                                                        |
| ペン速度                    | 0.5秒フルスケール                                                                                                                         |
| 記 録 紙                   | 555mm×280mm (有効記録幅375mm×250mm)                                                                                                     |
| プリンタ*                   | 40字/行, 2行/秒                                                                                                                        |

### (2) 据付け条件

|        |                                                                                                              |
|--------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 温 度    | 18℃ ~ 28℃ 変動幅 2℃以内                                                                                           |
| 湿 度    | 70%以下                                                                                                        |
| 電 源    | 単相 100V, 15A (起電時30A)                                                                                        |
| 接 地    | 第1種又は特別第3種                                                                                                   |
| 冷 却 水  | 不要                                                                                                           |
| 大きさ・重さ | 操作卓 170(W)×85(D)×115(H)cm, 400kg<br>磁石部 71(W)×139(D)×125(H)cm, 1,700kg<br>(床面は450kg/m <sup>2</sup> 以上の強度が必要) |

## 5. 測定例

以下にR-90H形で測定した例を示す。

## 6. 結論

システム全体の徹底したコンピュータコントロール化により、測定の自動化・操作の簡易化を達成できた。従来熟

練したオペレータのものであった複雑な測定モードを一般のユーザに開放し、誰でも手軽に良質のデータ、各種測定モードのデータを得ることができる。

大量データ収集・高速処理と合せて、今後の発展の一つの方向であると思う。

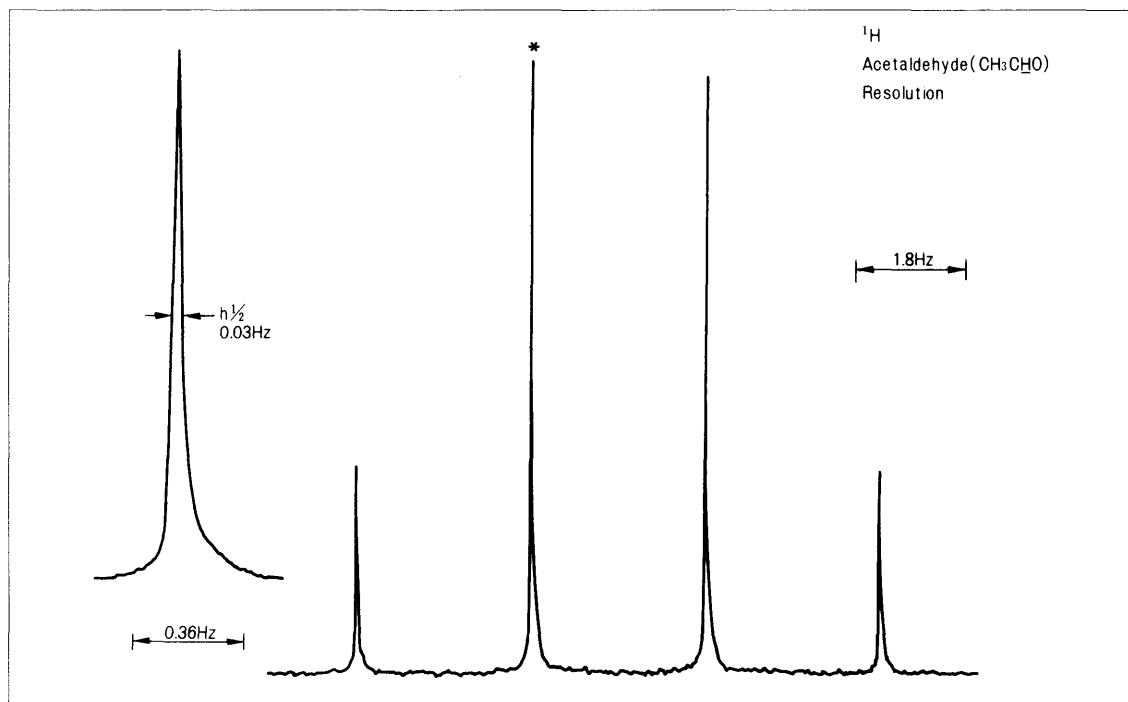


図3 分解能測定例  
アセトアルデヒドのアルデヒド基の四重線で、半値幅 ( $h_{1/2}$ ) 0.03Hzの高分解能が、ゴーレイコイルのCPU自動分解能調整で得られる。測定条件  
インサート: 5mm  
 $^1\text{H}$ 専用, 測定回数: 1回, 処理データ点数: 32kポイント

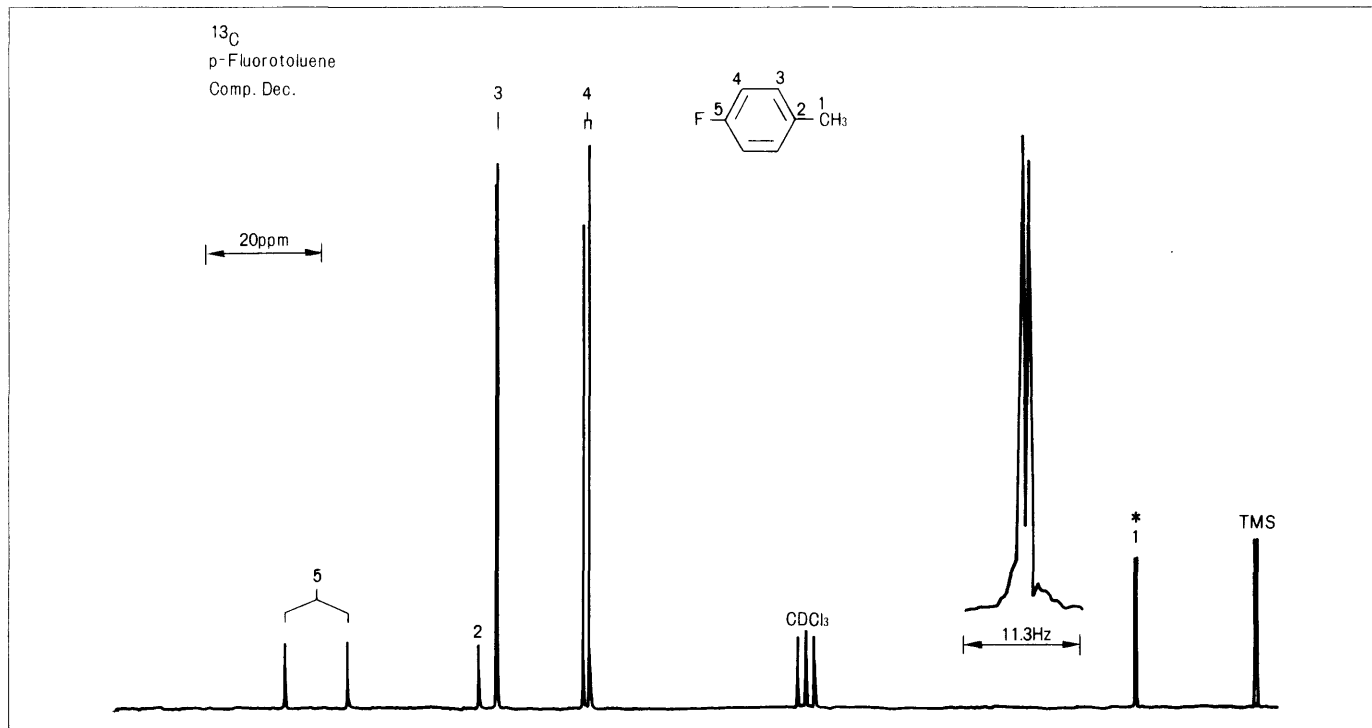


図4 安定度測定例 p-フルオロトルエンの $^{13}\text{C}$  コンプリート・デカップリング データである。8時間積算後、ピーク1の0.55Hz ( $J_{^{13}\text{CH}_3-^{19}\text{F}}$ ) の切り込みは83%で、長時間の分解能安定性を示している。測定条件 インサート: 8mm $^{13}\text{C}$ 専用, 測定回数: 9600回, 処理データ点数: 32kポイント



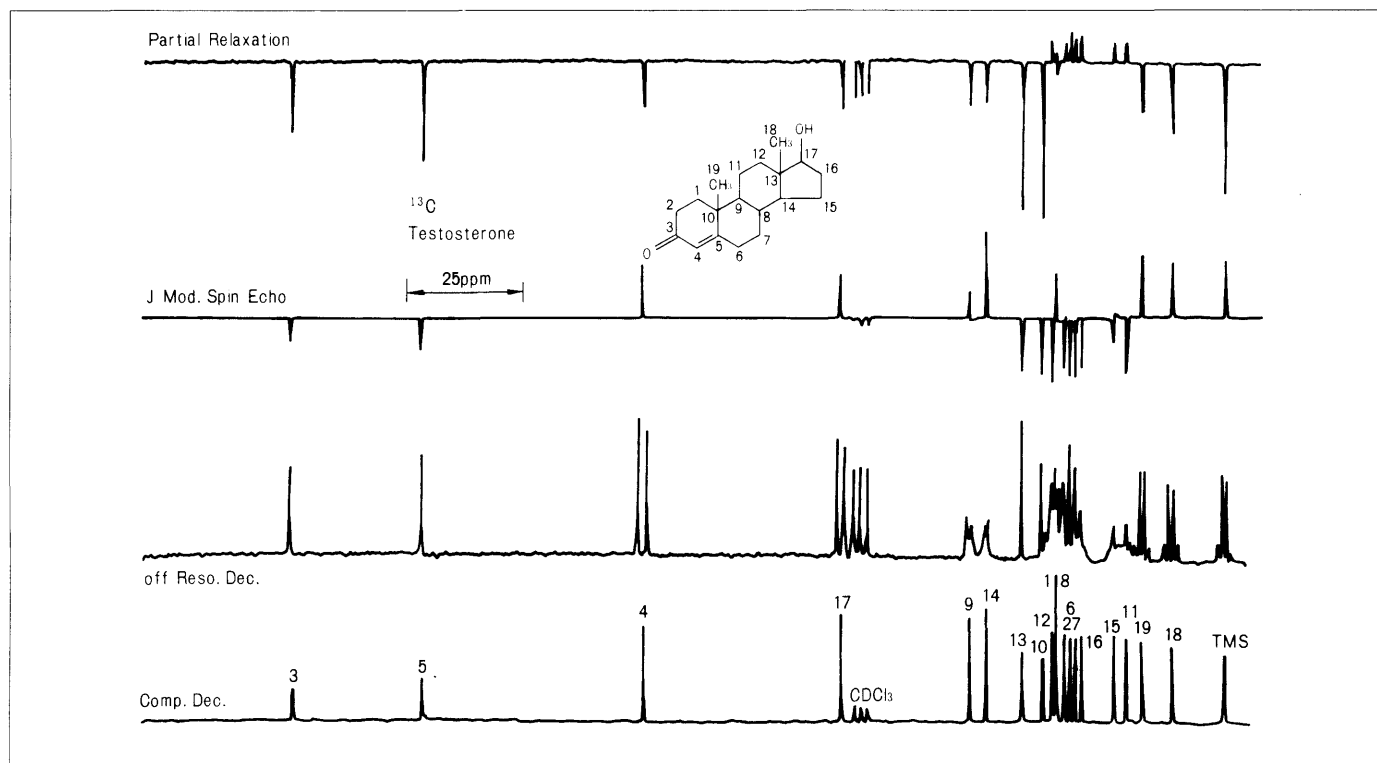


図5 自動測定例-1 テストステロンの $^{13}\text{C}$ データである。コンプリート・デカップリング，オフ・レゾナンス・デカップリング，J変調スピンエコー，パーシャル・リラクゼーションの各種測定モードを設定し，自動測定した。測定条件 インサート：8mm $^{13}\text{C}$ 専用，測定回数：500回，処理データ点数：32kポイント

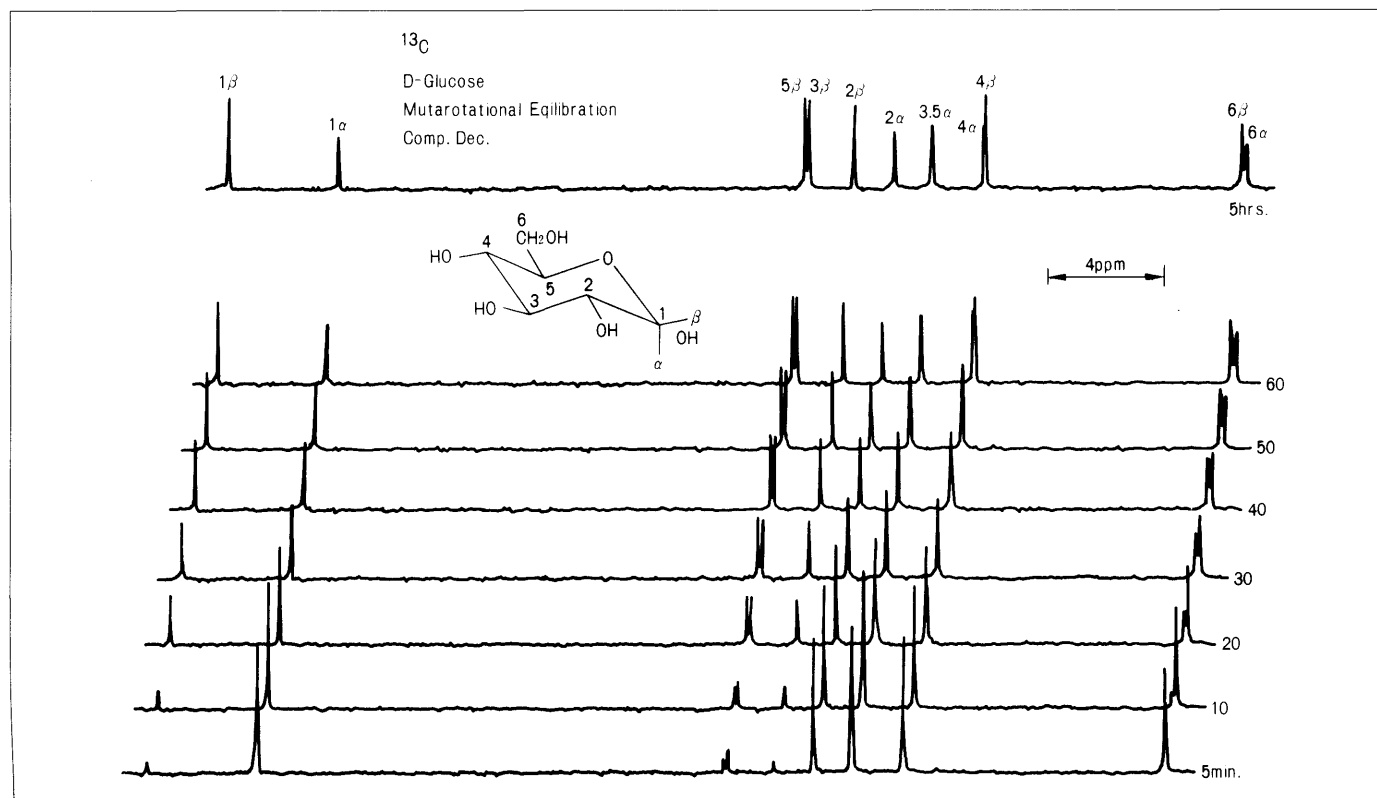


図6 自動測定例-2 D-グルコースの $^{13}\text{C}$ コンプリート・デカップリングデータである。D-グルコースに水を添加し， $\alpha$ 体と $\beta$ 体のエピ化を自動測定で追跡した。測定条件 インサート：8mm $^{13}\text{C}$ 専用，測定回数：100回，処理データ点数：32kポイント

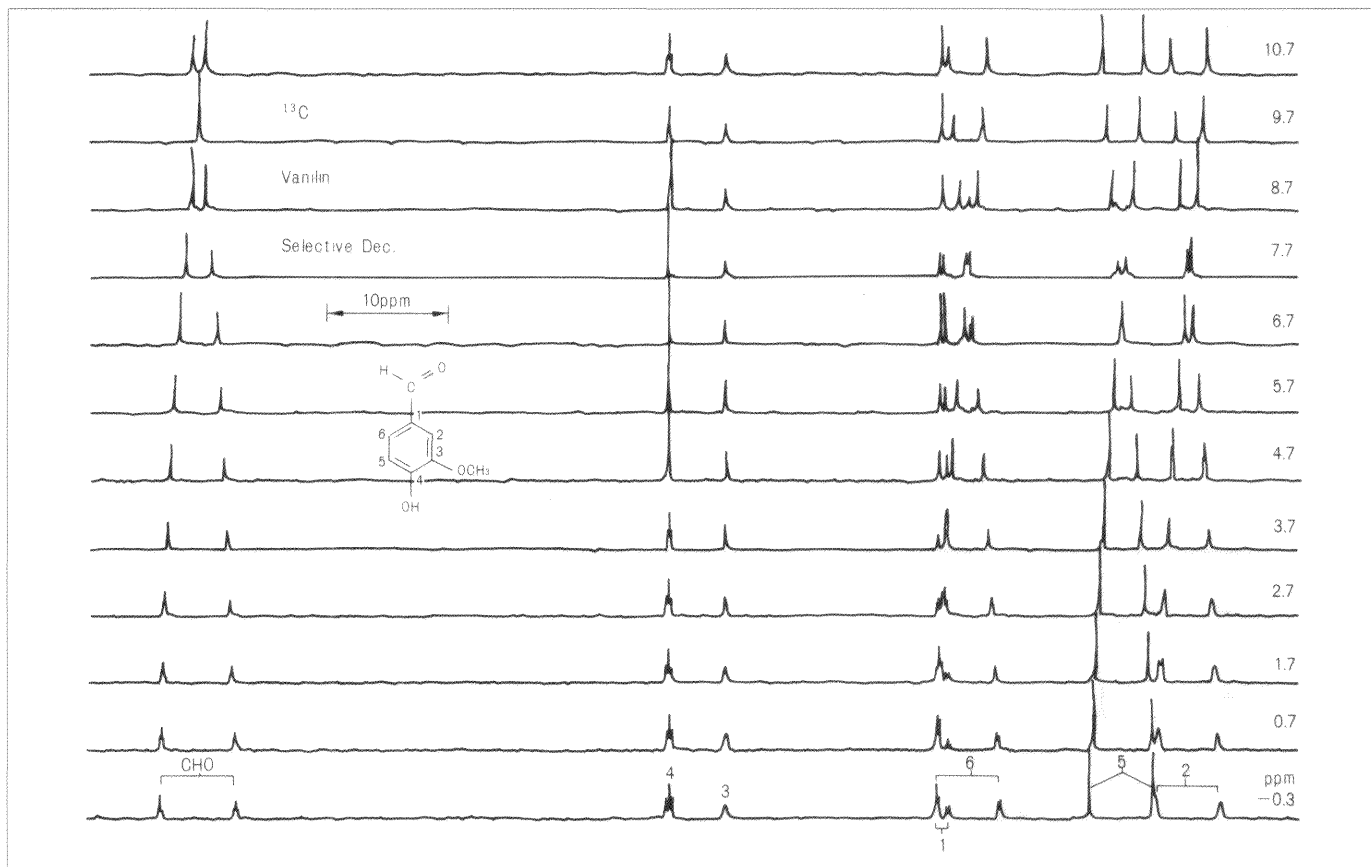


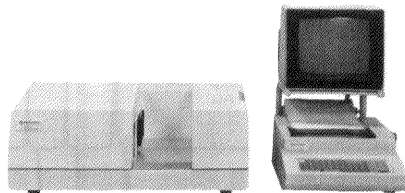
図7 自動測定例-3 バニリンの $^{13}\text{C}$ セレクトティブ・デカップリングデータである。 $^1\text{H}$ 領域の、TMSより高磁場側0.3ppmから10.7ppmまで、照射周波数を設定して自動測定した。この方法では、 $^{13}\text{C}$ - $^1\text{H}$ の関係が一度に判明する。測定条件 インサート：8mm $^{13}\text{C}$ 専用、測定回数：400回、処理データ点数：32kポイント

## Topics

### コンピューティング・ レシオ法を採用した、 270-30形 日立赤外分光光度計

このたび、日立では、270-30形日立赤外分光光度計を発表しました。

270-30形は、日立独自の技術で開発した、定評のある“高エネルギーグレーティング”に加え、新技術の“コンピューティングレシオ法”を採用した装置で、コンピューティングレシオ法



270-30形日立赤外分光光度計

により、基本性能が一段と向上し、正確な測光値により高精度な定量分析が可能となり、また、測定時間も短縮でき、定性分析の能率も向上しました。

#### ■特 長

##### 1. 直接比法(コンピューティング・レシオ)の採用

- (1) 正確な測光値( $\pm 0.2\%$ )が得られ、定量分析または正確な透過率を必要とする測定に効果を発揮します。
- (2) 微小信号まで判別でき、微量試料

の測定も精度よくでき、また、%Tスケールは50倍まで拡大できます。

- (3) 試料室が大きくなり、さらに光源の焦点を試料室内に設けてあるため、特殊測定にも有効です。
- (4) 測定時間が短縮され、定性分析の迅速化に貢献します。

##### 2. CRTを標準搭載

- (1) スペクトル、波数値、測光値、測定条件、試料名など多目的表示の12インチグラフィックCRTを採用しています。
- (2) スペクトルを確認してからレコーダへ記録することもでき、記録紙を無駄にしません。

##### 3. 豊富な機能

ピーク検出、吸収拡大、CAT、スムージング、分析条件ファイル、スペクトルファイル、演算などが内蔵されています。

# IP-815形 日立イオン打込装置

## HITACHI Model IP-815 Ion Implanter

田谷 俊陸\* 安部 勝信\*\* 安藤 弘\*\*

(昭和58年1月13日受理)

### 1. はじめに

イオン打込装置とは、真空中でガスをイオン化し加速して、特定のイオン種に分離して、標的の固体表面に打込みその物性的性質を変える目的に用いられる装置である。

ここ10年来、半導体プロセスにおいて、シリコンウェーハへの不純物ドーピングに盛んに用いられるようになった。これは従来の熱拡散炉に比べて、ドーピング量やドーピング領域(深さ)が、イオン電流や加速電圧により、広範囲に、かつ正確に制御でき、品質のそろった半導体素子ができるからである。

さらに最近では、大電流イオン打込装置によって、特殊な絶縁膜、導電性膜、硬化膜といった新しい表面処理の分野も開発されつつある。

このような背景において、日立製作所では、理科学機器の半世紀にわたる高電圧、真空、質量分析の技術を基に、昭和54年から製品開発に着手し、各種の顧客の要望に応える装置を製作してきた。以下、装置の概要と二、三の特性について述べる。

### 2. 装置の概要

IP-815形日立イオン打込装置の外観写真を図1に示す。右側に本体機構部のビームライン系と打込室が、左側に電



図1 IP-815形 日立イオン打込装置

源と制御卓が配置されている。装置の床面積は、横幅3.4m、奥行3.5m、高さ2.4mであり、総重量は7トンである。また所要電力は25kVA、所要冷却水量は25l/分である。

つぎに、イオン打込装置の動作原理を図2に示す。本体機構部は、イオン源部、分離部、打込室部および真空排気

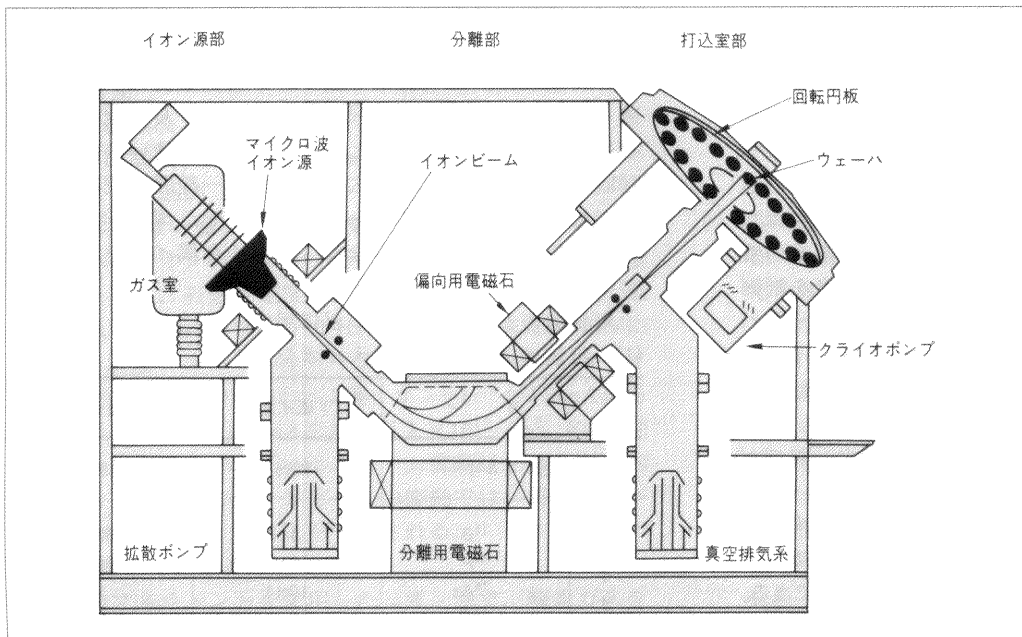


図2 イオン打込装置の動作原理

\* 日立製作所 那珂工場 理博 \*\* 日立製作所 那珂工場

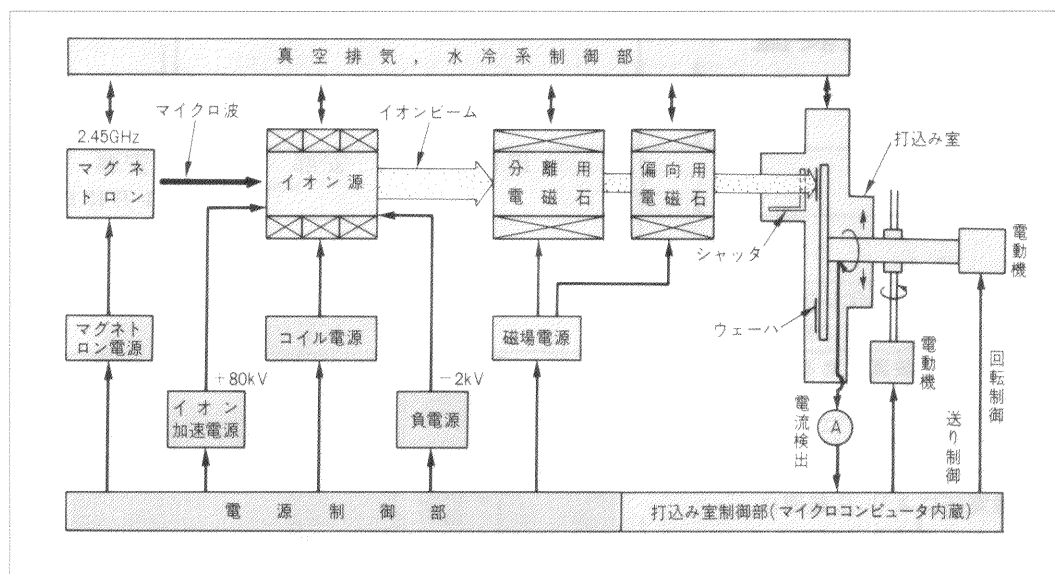


図3 電源制御系の系統図

系から構成されている。

ガス室から供給されたガスは、マイクロ波イオン源によってイオン化され、加速電圧で加速されてイオンビームとして引出される。分離部では、質量分析の原理を応用して、分離用電磁石で特定のイオンビームを選択し、さらに偏向用電磁石で、左方向に $12^\circ$ 偏向し中性の不純物粒子を除去し、打込室に導かれる。

打込室には、25枚のウェーハを一度に装着できる回転円板がある。静止したイオンビームをウェーハ全面に均等に打込むために、回転円板は真空中で高速に回転しながら、左右に往復走査運動をする。

これらのビームライン系は、拡散ポンプとクライオポンプで構成される真空排気系によって、打込中でも高真空に保持されている。

電源・制御系の系統図を図3に示す。おもな構成は、イオン源部と質量分離部の各種電源と、打込室の回転円板制御部および真空排気系制御部から成っている。イオンビームはリンやヒ素で最大80kVの加速、10mA以上で連続打込が可能である。ウェーハへの打込均一度も1%以内に保たれるように、回転円板の走査位置やイオンビーム電流の変動を、打込室制御部に取り込み、回転円板の走査速度を制御している。

### 3. 特長とおもな仕様

IP-815形日立イオン打込装置の特長について以下説明する。

- (1) 最大加速電圧80kVで、10mA以上の大電流イオン打込が可能である。
- (2) イオン源は、マイクロ波放電を用いており、従来のようにフィラメントを用いていないので、大電流で使用しても消耗する部分がなく、長時間安定なイオン打込ができる。
- (3) とくに酸素などの活性ガスの長時間イオン打込が可能である。
- (4) 固体のハロゲン化合物を蒸発炉で気化し、アルミニウム、ガリウム、ハフニウムなどの金属イオンを打込むこと

ができる。

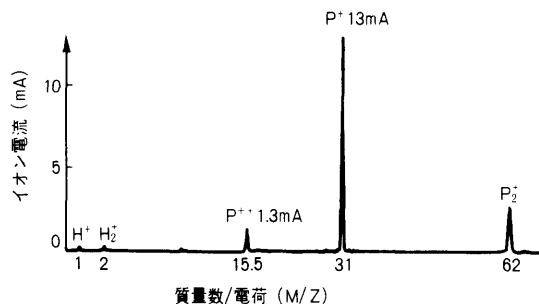
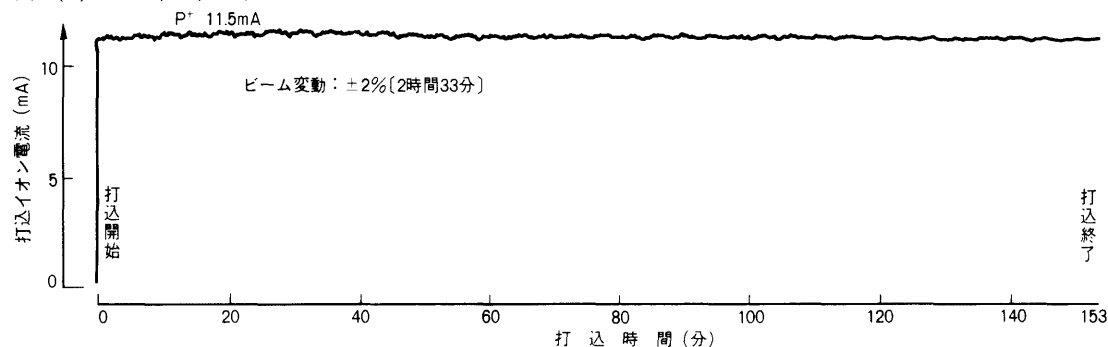
- (5) ウェーハの汚染を極力防止するために、ナトリウムなどの中性粒子を除去するビームライン系を有し、かつ打込室は、クライオポンプの採用により高真空ドライバキューム化が計られている。
- (6) 1バッチ(25枚)の3、4インチのウェーハが装着可能な大形回転円板を採用し、機械走査により $1\mu\text{A} \sim 10\text{mA}$ の広範囲な打込電流において、打込均一度が標準偏差で1%以内に保てる。
- (7) 2価イオンをエネルギー選択して、160keVの高エネルギー打込が可能である。
- (8) 真空排気系操作や打込条件の設定などを自動化し、各種インタロックを備えて、装置の保護と安全性を確保している。

このように、IP-815形日立イオン打込装置は、1台の装置で、 $1\mu\text{A}$ 程度の小電流から10mA級の大電流のイオン打込が可能であり、1価と2価のイオンを使い分けると、10keVから160keVまでの広いエネルギー範囲で使うことができる。また、イオン種においても、ボロン、リン、ヒ素などの打込ばかりでなく、酸素や金属イオンなど各種のイオン打込が可能である。

本装置のおもな仕様をつぎに示す。

#### (1) 打込エネルギーと最大イオン量

| イオン     |                   | 1価イオン | 2価イオン            |
|---------|-------------------|-------|------------------|
| 打込エネルギー |                   | 80keV | 160keV           |
| イオン種    | $^{11}\text{B}$   | 4mA   | 30 $\mu\text{A}$ |
|         | $^{31}\text{P}$   | 10mA  | 1mA              |
|         | $^{75}\text{As}$  | 10mA  | 1mA              |
|         | $^{16}\text{O}$   | 10mA  | 0.5mA            |
|         | $^{27}\text{Al}$  | 2mA   |                  |
|         | $^{69}\text{Ga}$  | 1mA   |                  |
|         | $^{178}\text{Hf}$ | 1mA   |                  |

図4 (a) ホスフィン(PH<sub>3</sub>)のマススペクトル図4 (b) 磷イオンの打込安定度(80kV, P<sup>+</sup>, 11.5mA,  $2 \times 10^{17}$ 個/cm<sup>2</sup>)

## (2) 質量分離範囲(80kVにて)

M/Z 1~80

## (3) 質量分解能(80kVにて)

M/σM &gt; 150 (半値幅分離)

## (4) 打込均一度

ウェーハ内 σ &lt; 1%

ロット内 σ &lt; 1%

## (5) ウェーハ装着枚数

3, 4インチウェーハ 25枚

## (6) 安全性

X線漏洩 &lt; 0.2mR/Hr

μ波漏洩 < 0.5mW/cm<sup>2</sup>

## 4. イオン打込例

## 4.1 リンイオン量と打込安定度

半導体のイオン打込によく用いられるリンイオンの質量スペクトルと、打込安定度を図4(a)・(b)に示す。イオン源への導入ガスはホスフィン(PH<sub>3</sub>)である。加速電圧80kVにおいて、イオン源からの全イオン量が30mAの時、1価イオン<sup>31</sup>P<sup>+</sup>が13mA得られるほか、2価イオン<sup>31</sup>P<sup>++</sup>が1.3mA得られている。<sup>31</sup>P<sup>+</sup>を11.5mAで打込量  $2 \times 10^{17}$ /cm<sup>2</sup>、約3時間のビーム安定度を示している。ビーム変動は、±2%以内であり、この程度のイオンビームの変動では、打込制御が正常に作動して均一な打込が実施される。

## 4.2 酸素イオン量と打込安定度

従来のフィラメントを使用したイオン源で、酸素ガスを導入すると、フィラメントが酸化して消耗し、長時間の打込ができない。本装置で酸素ガスをを用いた時の質量スペクトルと、長時間のビーム安定度を図5(a)・(b)に示した。加速電圧80kVにおいて、イオン源での全イオン量 36.5mA中、

酸素イオンは11mA得られた。

酸素イオンを、加速電圧80kVにて、10~11mAで連続10時間、打込量  $7 \times 10^{17}$ /cm<sup>2</sup>の打込を実施した時の、始めと終りのビーム安定度が図5(b)に示されている。イオンビームの変動は±1%以下で、連続10時間にもおよぶ長時間打込においても、微少放電がほとんどなく、イオン源の安定性が劣化していないことを示している。酸素イオンのこのような安定な打込は、まだ他の製品においては実証されおらず、本装置のマイクロ波イオン源の特長を示したものといえる。

## 4.3 アルミニウムイオンの質量スペクトルとビーム安定度

常温では固体の金属ハロゲン化合物のイオン打込の一例として、アルミニウムイオンの質量スペクトルとビーム安定度の測定例を図6(a)・(b)に示す。塩化アルミニウム(AlCl<sub>3</sub>)を1gほど蒸発炉に入れ、100~120°Cに昇温して得られた質量スペクトルである。加速電圧が60kVにおいて、イオン源からの全イオン量が15.5nAの時、アルミニウムイオン(<sup>27</sup>Al<sup>+</sup>)が2mA得られた。図6には、打込量  $1.5 \times 10^{16}$ /cm<sup>2</sup>打込時間が1時間の打込中のイオンビーム安定度が示されている。ビームの変動±3%の波打ちは、蒸発炉のヒータがON, OFFすることに起因するが、一周期3分程度のゆるやかな変動なので、打込イオン量の変動は、打込室における回転円板の左右の走査速度にフィードバックされ、打込均一度は常に1%以内に保たれる。

## 4.4 打込の均一性

実際にリンイオンやボロンイオンを、シリコンウェーハに打込んでアニール処理をした後、表面抵抗を測定し、打込均一性を調べた。一例として、ボロンイオンを打込エネルギー80keVで、打込量  $1 \times 10^{15}$ /cm<sup>2</sup>打込んだ3インチウェー



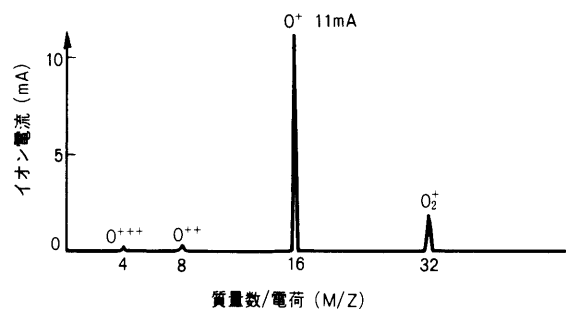


図5 (a) 酸素( $O_2$ )のマスペクトル

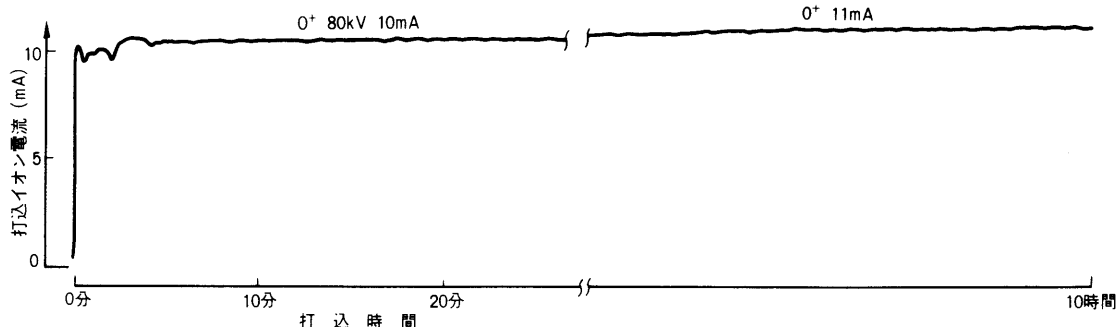


図5 (b) 酸素イオンの打込安定度(80kV,  $O^+$ , 11mA,  $7 \times 10^{17}$ 個/cm<sup>2</sup>)

\*\*\* DATA \*\*\*  
 NEEDLE V 6.6%  
 Z-AXIS 14.3MM  
 SLIT WIDTH 82.5%  
 MAGNETRON 185.9MA  
 SOURCE MAG. 11.2A  
 ACCEL. P 60.0KV  
 TOTAL I. 15.490MA  
 ANAL. MAG. 60.3A  
 M/E 64  
 ION <FCC> 0.277MA  
 DEF. MAG. 0.0A  
 DEF. SCAN 0.0A  
 OVEN P 1.0  
 OVEN TEMP. 101.4

$AlCl_3$ の引出条件

$Al^+$  2.4mA

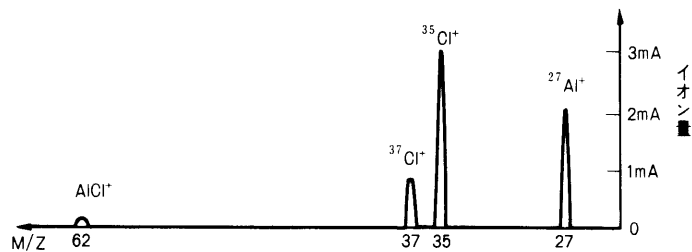


図6(a)  $AlCl_3$ のマスペクトル

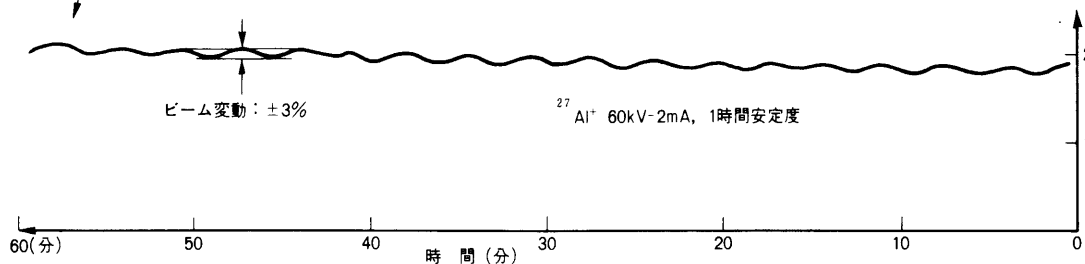


図6(b)  $AlCl_3$ のマスペクトルと $Al^+$ イオンの安定度

ハの表面抵抗の分布を図7に示した。測定には自動4探針比抵抗測定器を用いて、10mm間隔で測定した。同図中の曲線は平均値の分布を示している。測定値の平均偏差が±1%以内にあることを示している。この場合の標準偏差は、 $\sigma=0.45\%$ であった。

つぎに、リンイオンを80kVにおいて、打込量が $10^{13}$ 個/cm<sup>2</sup>から $10^{17}$ 個/cm<sup>2</sup>の広範囲で、種々打込んだウェーハについて、均一度を測定した結果を図8に示した。合計14の打込例において、ウェーハ内均一度が0.8%以内の高い均一度が得られた。

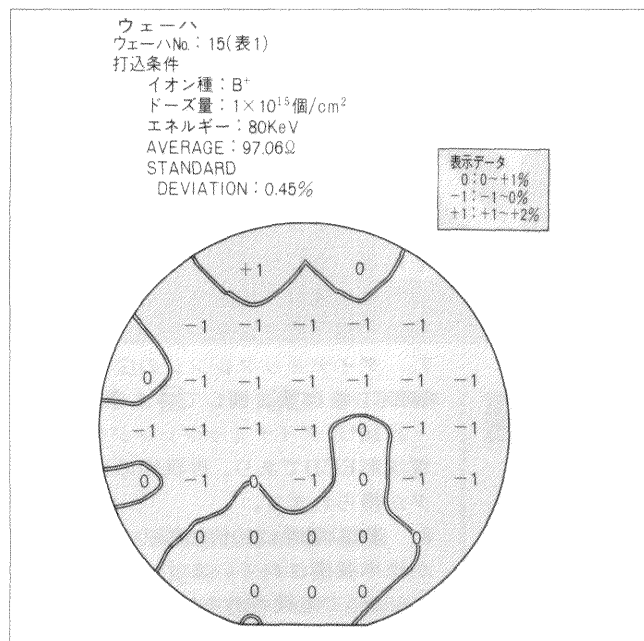


図7 シート抵抗マップ測定例

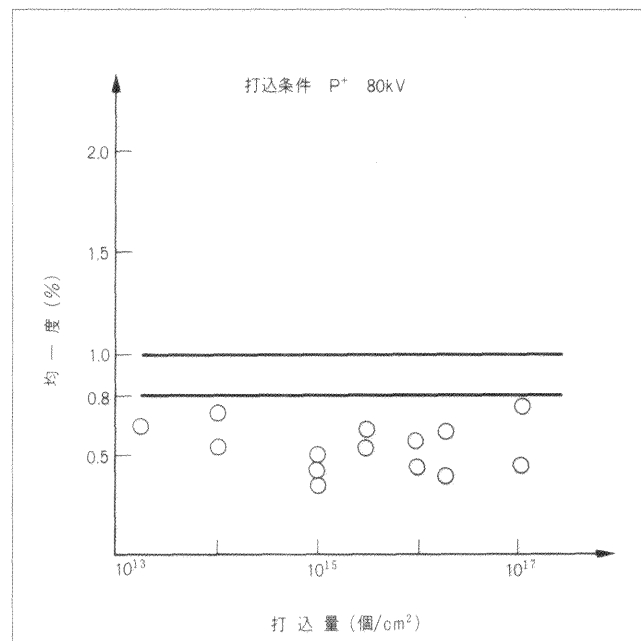


図8 打込均一性測定例

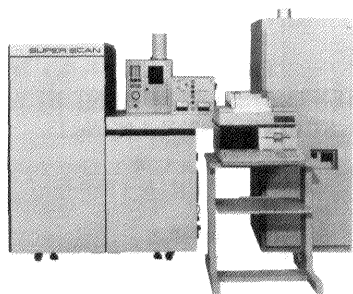
## 5. おわりに

日立製作所における既存の技術と独自の研究開発を織り込んで、国産初の大電流用イオン打込装置を製品化した。最大加速電圧は80kVで、最大イオン電流はリンイオンや酸素イオンで10mA以上の大電流イオンを長時間安定に打込

むことができた。さらに、アルミニウム、ガリウム、ハフニウムなどの金属イオンを打込むことができた。打込均一度を測定した結果、1%以内にあることを実証することができた。これらの結果により、本装置が種々の用途に応用できる見通しが得られた。

## Topics

### 306形 日立スーパースキャン ICP発光分析システム



注目を集めている分析用新光源、ICP (Inductively Coupled Plasma: 誘導結合プラズマ) を用いた発光分光分析シ

ステムです。ICPの特長を最大限に生かす為に開発した世界最高速のスリュースキャン分光光度計がシステムの中心を成しています。さらに、高性能データ処理装置と豊富な分析ソフトも、試料中に含まれる何十種類もの元素を高感度で短時間に測定したいという最近のニーズにお応えします。

#### ■特長

- (1) 50元素/分という世界最高の超高速スリュースキャン。
- (2) 72元素の中から、任意の50元素を簡単なキー操作で選べます。50元素の分析結果は、報告書の様式でプリントアウトできます。
- (3) ppbからppmまで、広いダイナミックレンジが得られます。ICPの特長の一つである $10^5$ の濃度レンジを生かす為、増幅器は $10^5$ 以上の広いダイナミックレンジを持っており、レンジの切換を要しません。
- (4) スペクトル、検量線のグラフィッ

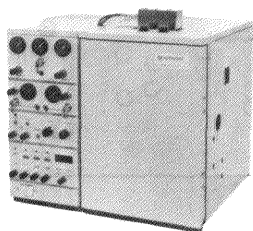
ク表示の他、分析用のソフトウェアも組込まれています。分析条件は、ソフトキーを押すだけでディスクに保存できるので、試料別のファイルも簡単に作れます。

#### ■仕様

- (1) 光源  
方式: 高周波誘導結合プラズマ、  
出力: 2.5kW、周波数: 27.12MHz、  
Arガス: 18l/分、冷却水: 0.5l/分
- (2) 分光器  
方式: 垂直形デュアルモノクロメータ、  
波長: 190~540nm、焦点距離: 750mm、  
逆線分散: 0.49nm(於300nm)、  
ステップサイズ: 0.0005nm、高速走査: 18nm/秒(36,000ステップ/秒)
- (3) データ処理  
増幅器: 4段高速自動切換、CPU: 6809 (8ビット)、68000(16ビット)併用、  
マスストレージ: ミニディスク(260kバイト)、CRT分解能: 400×300ドット、  
印字速度: 120字/秒

## Topics

### 高級機なみの機能を備えたコンパクトな 263-30形 日立ガスクロマトグラフ



このたびTCD, FID, ECD, PID各検出器専用であり、昇温分析も可能な263-30形日立ガスクロマトグラフを開発しました。263-30形は小形・軽量で床面積を有効に活用でき、且つ簡潔な操作パネルにより操作が容易です。

特にPID付きの場合、日立独自の光イオン化方式により従来困難とされたppmオーダの微量無機ガス分析が可能です。

#### 特長

- 消費電力が小さい省エネタイプです。消費電力は下記のように小さくなっています。

|           |             |
|-----------|-------------|
| 263-30TCD | 11A(AC100V) |
| 263-30FID | 10A(AC100V) |
| 263-30ECD | 10A(AC100V) |
| 263-30PID | 12A(AC100V) |

- デジタル温度設定と表示が標準で可能です。

カラム恒温槽、試料注入部/検出器の温度設定と温度表示が、デジタルパネルメータ上で行えます。

- 液体オートサンプラが取付可能です。液体オートサンプラを始め、豊富なアクセサリが使用できますので広い用途にご利用頂けます。

- 小形、軽量です。

幅500mm、奥行425mm、高さ445mmと小形で、約39kgと軽量です(263-30 FIDの場合)。

- カラム恒温槽の昇温特性が優れています。

カラム恒温槽がコンパクト(幅200mm×奥行135mm×高さ280mm)になっていますので、昇温特性が優れ、たとえば330℃までは15℃/minで昇温可能です。

- 無機ガスに高感度なPID専用機種を用意しました。

特に無機ガスを感度良く(TCDの約50倍)測定できます。

- ダイナミックレンジの広い定電流形ECDを標準装備しています。

約 $10^4$ のダイナミックレンジを持つ定電流形ECDであり、再現性の良いデータが得られます。

- TCD電源に10倍増幅のプリアンプが標準装備されています。

663形で実績のある10倍増幅のプリアンプがTCD電源に内蔵されています。

- ノズルとコレクタの取はずし洗浄が容易なFIDです。

FIDのノズルとコレクタは簡単に取はずして洗浄ができますので、ルーテン分析に便利です。

## 日製産業株式会社

本社別館 電話 東京(03) 504-7211  
新潟出張所 電話 新潟(0252)41-3011<代>  
京都出張所 電話 京都(075)241-1591  
名古屋支店 電話 名古屋(052)583-5841  
岡山出張所 電話 倉敷(0864)25-1316  
九州支店 電話 福岡(092)721-3501  
富山支店 電話 富山(0764)24-3386<代>

本郷出張所 電話 東京(03) 815-2051  
大阪支店 電話 大阪(06) 366-2551  
水戸営業所 電話 水戸(0292)27-2101  
豊田出張所 電話 豊田(0565)28-5179  
仙台支店 電話 仙台(0222)64-2211<代>  
沖縄出張所 電話 那覇(0988)78-1311-7

横浜出張所 電話 横浜(045)671-5421  
四国出張所 電話 高松(0878)62-3391<代>  
筑波営業所 電話 土浦(0298)23-7391  
広島支店 電話 広島(082)221-4514<代>  
秋田出張所 電話 秋田(0188)64-2244  
札幌支店 電話 札幌(011)221-7241<代>

#### <編集後記>

- 本号の報文では、金属材料研究所の深町先生に、コンピュータ画像処理を、金属材料組織の電子顕微鏡観察に応用した例につき報告して頂きました。
- 本号より、報文、解説の記事の題目は、英文も併記することに致しました。執筆者の方より、本ニュースの記事を英文誌に引用する場合に便利であるのご要望があったためです。
- 本ニュースは、日立理化学機器をお買上げ頂いた方々には、全てお送りすることになっています。もし、貴殿のお近くに、受取ってられない方がありましたらご一報下

さい。直ちに新規に名簿に登録し、以後継続的にお送り致します。

- 日立理化学機器による報文のご投稿を歓迎致します。
- 本ニュースに関するお問合せは、下記へ、または、日製産業株式会社の上記各事業所へご連絡ください。
- 株式会社 日立製作所 那珂工場 応用技術センター  
茨城県勝田市市毛882番地  
〒312 電話 水戸(0292)73-2111(代)
- 日製産業株式会社 マーケティング部  
東京都港区虎ノ門1丁目26番5号第17森ビル  
〒105 電話 東京ダイヤルイン(03)504-7187

### THE HITACHI SCIENTIFIC INSTRUMENT NEWS SPRING 1983 Vol.26 No.1

発行 昭和58年4月1日(年4回発行)  
発行人 鶴沼伸充  
編集人 永谷隆 岩井孝之  
発行所 株式会社 日立製作所 計測器事業部 科学機器部  
〒100 東京都千代田区丸の内1-5-1新丸ビル  
電話 東京(03)214-3123(直通)  
印刷所 日立印刷株式会社