

# 電子顕微鏡のメガボルト化〔Ⅱ〕

## 超高電圧電子顕微鏡の効用

大阪大学工学部 藤 田 広 志\*

### 1. はし が き

夏の夕涼みに満天の星のきらめきを見ていると、何時かな空想の世界にひきずり込まれ、子供の頃耳にした星についての美しい物語りが懐しく思い出される。しかし、この美しい星が、太陽とか地球と同じ物体であることを確かめるために、いかに多くの人々が古くから夜を徹して空をみつめ、その動きを眼で確認することに苦労したことか。その努力は、やがて望遠鏡の登場によって星を拡大して観察することができるようになり、それまでの推論が一層確実なものに淘汰されたが、星を研究する科学者はそれでもあきらまず、最近では直接ロケットを目的の星に送って、テレビカメラで超拡大して実体の確認を進めている。このように、星の研究は拡大率と分解能のよい望遠鏡が登場する度に新しい発見が繰返され、或る意味では現在の宇宙科学は物を拡大して観察する方法の進歩とともに開拓されたものであるとも言える。この事は、自然科学の場合にも全く同様であって、われわれが物質の性質を探る場合には、物質そのものは勿論のこと、その中で起っている現象を直接眼で確かめる、それも出来るだけ細かい部分の状態を正確に探ることから始まり、また種々の推論もこの方法によって結論づけられる。この際、もしも物質を構成している分子とか原子の領域まで掘り下げて眼で直接確かめることができれば、これは将に自然科学にとって画期的な研究手段となる。

この物を拡大して観る方法は、古くは光学顕微鏡によって代表されていたが、光より遥かに波長の短い電子線を利用した電子顕微鏡\* によって飛躍的な分解能の向上を遂げ、光学顕微鏡では高々 $10^{-3}$ mm 程度の情報しか得られなかったものが、一躍原子の大きさの $10^{-7}$ mm の世界が窺えるようになった。さらにこの電子顕微鏡法も、最初は試料作成の困難さからその使用範囲も限定されていたのが、生物の方では超マイクロームの発達によって、また結晶の方では電解研磨法などによって、直接目的の

\* わが国では、1940年に当時阪大工学部助教授だった菅田栄次氏（現阪大工学部長）が国産第1号を完成している。

物体を薄膜試料に仕上げる事が出来るようになり、その効用は飛躍的に拡大された。この実物を薄膜にしたもの（以後簡単のために実物薄膜と呼ぶ）を試料に使用する場合には、上述の非常にマイクロな場所的情報のみならず、結晶体の場合はその部分の細かい結晶構造に関する情報も併せ得られるようになり、現在自然科学の研究に不可欠の手段として実に広範に利用されている。

ところが、このように非常に有効な手段も大きい泣きどころがある。と言うのは、電子線は物体を透過し難く、したがってこの方法での試料は電子線が透過するまでの極度に薄いものに仕上げる必要がある。そのために、薄膜の作製中に試料を傷つけることもあるし、後述のように観察している現象が厚いものものと全く異なったものになることも多い。

最近、この欠点を出来るだけ解決して、電子顕微鏡法（以下簡単のために電顕法と略記）の効用を更に飛躍的に向上させようとの目的で、わが国を初め、世界各国で加速電圧500kV～1000kV のいわゆる超高電圧電顕が次々と製作されている。わが国では既にこのような超高電圧電顕の商品化に成功すると共に、またその効用も予想以上のものが次第に確かめられている。そこで、この際、今までにどの程度の効用が確かめられ、また将来どのように進展していくかについて触れてみたい。ただし、筆者の専門が物理冶金である関係上、対称が自然に金属結晶への効用になることを予めご了承ください。

### 2. 超高電圧電顕の現状

最初超高電圧電顕は、生物組織の切片を $1\mu$ 以下に切ることがひじょうに困難であったため、生物学者から強く要求されたようで、1940年代にも、欧米で数箇所を試みられ、1950年代になって仏、ソ、日でかなり本格的に取組んだ<sup>1)</sup>。しかし、これらの中で一応目的を達したと考えられるものは、大阪微研の深井教授が1956年に試作したのと、京大化研の小林教授らが中心となって製作した300kV電顕<sup>2)</sup>、仏の Dupouy が中心となって製作した公称1,500kV（実用1,200kV）のもの<sup>3)</sup>だけである。その理由は、安定な高圧電源、加速管などの技術的な困

\*大阪大学工学部冶金学科教授

難さに原因はしていたが、一方では初期の生物学者らの要求が超ミクロトームの進歩によって試料作製の方で解決され、莫大な費用と技術的困難さを要求される超高電圧電顕の必要性を大して感じなくなったことにも大きな原因があると考えられる。

ところが、1956年頃より結晶体の方で、英の Cambridge を中心として電顕で結晶体自体を直接観察する方法<sup>4,5)</sup>が開発され、前述の生物学からの要求とは根本的に異なった理由で再び超高電圧電顕の登場が強く要求され始めた。というのは、結晶体の場合には、それを薄くするだけでも内部の格子欠陥に可成りの変化をうけるだけでなく、薄膜試料ではいわゆる寸法効果のために、その内部で起る現象は bulk な試料でのものと著しく異なったものになる。現在、電顕法は、転位などの極微細な格子欠陥の観察には最も優れた特長を發揮し、その上にこれら格子欠陥の動的挙動を追跡出来る能力を持っているだけに、この不満は大きいものであり、ここに更めて超高電圧電顕の製作が結晶体物を研究している一部の研究者から強く要求され始めた。このような動きは、この方面の研究および技術の進んだわが国で最も活発に行なわれ<sup>6)</sup>、1960~61年ごろから阪大産研の西山教授グループ、金材技研など一部の研究者の間で強力に打出され、同じく早くから超高電圧電顕の必要性を強調しておられた名大の上田教授、東大の三宅教授らを中心とした回折関係の人々に合流、さらに京大グループおよび電顕メーカーを加えて超高電圧電顕総合研究班が誕生。その所産として1962年に入って金材技研が島津製作所へ<sup>7)</sup>、上田、榊教授ら名大グループが日立製作所へ<sup>8)</sup>と500kV 超高電圧電顕の製作に踏み出し、これらにつづいて京大が島津へ、物性研が日立へと超高電圧電顕の本格的な利用への基礎は着々と築かれて行った。

その結果、1964年には筆者らが中心となって製作した国産500kV 電顕の1号機が金材技術で稼動し始めたのを皮切りに、電子顕微鏡のメガボルト化〔I〕の表に示した如く、現在わが国だけでも金材技研、東大物性研、名大、京大化研、東北大工学部、阪大産研が何れも500~650kV の超高電圧電顕を所有しており、1966年には日本電子、日立両者がともに1,000kV 電顕の製作に成功<sup>9),10)</sup>している。

これら電顕の製作とともに、それを利用した研究でもわが国は世界の先端を独走して、後述のようにわが国で初めて超高電圧電顕の画期的な効用が実証された。その結果いままでも仏の Toulouse (責任者 Dupouy) の超高電圧電顕の結果だけではややその効用に悲観的だった外国でも本格的な製作に取りかかり、英の Cambridge 大学で Cosslett らが中心となって750kV 電顕を1966年に完

成した<sup>11)</sup>のは別としても、英、米、独では純応用を目的とした500~1000kV 電顕を続々と備えつつある。更に最近では仏の Dupouy は2000~3000kV 電顕を計画中であり、米では更に超高電圧のものを計画中とか、世界各所で超高電圧電顕への関心は非常に高まりつつある。

では、これらの電顕の性能はどの程度かという点、後述の利点はともかくとして、分解能でも従来の洗練された100kV 電顕とはほぼ同程度の域にまで到達しているし、稼動率も金材技研の例では年間10,000枚程度の写真を撮っており、十分商品化された電顕といえる。すなわち、現産の超高電圧電顕では、高圧および励磁電源の変動率はともに  $0.5 \sim 1 \times 10^{-5} / \text{min}$  に達しており、最も困難とされていた加速管内の微小放電についても、筆者らは真空の質の向上に努力して、結像電子線の安定度を電圧にして  $1 \times 10^{-5}$  以下に常時保つことに成功している。その結果、高分解能用としては条件の悪い20mm 孔径の金属用非対称レンズを使用しても、パイロフィライトの互に交叉した間隔  $4.5 \times 10^{-7} \text{mm}$  の格子像の撮影が容易に行える段階は到達しており、像の鮮明度から見て、記録を狙うならば  $2 \times 10^{-7} \text{mm}$  程度の格子像撮影の可能性は十分である。

### 3. 超高電圧電顕の利点

超高電圧電顕の第一の目的は厚い試料を観察することであるが、電子線の加速電圧を増すことによって付随的に、(1)理論分解能の向上、(2)制限視野回折の有効視野を小さくできること、(3)解像度の高い暗視野像が得られること、(4)試料の汚染の減少、などの大きい利点が見られるが、それらの詳細は他の文献<sup>11),12)</sup>を参照して頂くこととして、ここでは主として第一の目的であるどの程度厚い試料が使用できるかについて述べる。

われわれの場合には、対称はほとんど結晶体であるが、結晶体の場合にこの問題を厳密に議論すれば極めて複雑で、結晶の回折条件はもちろんのこと、結晶自体の状態とか、観察する対称物によっても著しく変化する<sup>11),12)</sup>。そこで Hirsch が行なった<sup>13)</sup>ごとく、問題を単純化して、結晶の平均吸収係数  $\mu_0$  は  $(m\lambda)^2$  に比例して変化するとした吉岡の理論を使って、これに相対論的補正を入れてこの  $\mu_0$  の電圧依存性を論じてきた。ここで  $m$  および  $\lambda$  は、それぞれの電子の質量および波長である。この推論に従うと、電子線の透過能 (一般に  $1/\mu_0$  で表わす) は、第1図の点線で示したように電圧を500kV に上げた場合には100kV の場合の約2.4倍、1,000kV で2.9倍、1,500kV で約3倍、たとえ電圧を無限大に上げた場合でも高々3.3倍になるに過ぎない<sup>12)</sup>。事実、楔状断面をした結晶体に現われる等厚干渉縞の強度の減少度から  $\mu_0$

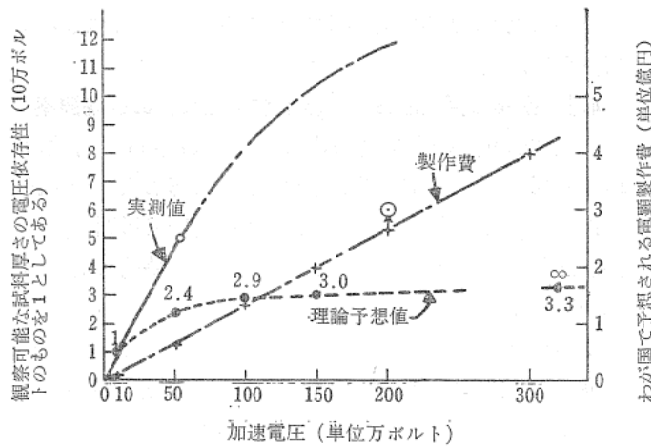


図1 電子顕微鏡の加速電圧と、観察できる試料厚さおよび製作費の関係

を実測して、 $1/\mu_0$  の電圧依存性を調べてみると、驚くほどその値は Hirsch の予想値に一致する<sup>15),16),17)</sup>。この  $1/\mu_0$  は、原理的には観察できる試料厚さに比例すると考えられるから、この理論的予想では電圧を上げる効果は500kV程度でそろそろ飽和することになる。したがって、1960~61年頃にわが国で超高電圧電顕の製作を開始した当時は、これらの電顕の効用が不明であったことにも原因はあるが、第1図の予想値で最も効率のよいと考えられた500kVの電圧を各所とも設定した。

ところが、結晶を透過する電子線は、結晶内電子との相互作用によって非弾性散乱を受ける。この非弾性散乱電子のエネルギー損失は結晶によって決まっているので、弾性散乱による電子線同様に結像に寄与する<sup>18)</sup>。しかも非弾性散乱の度合は結晶が厚くなるほど多くなり、ついには結晶を透過してくる電子線のほとんどが、非弾性散乱電子によって占められるようになる。これに関して、上述の Hirsch の推論では非弾性散乱を受けた電子は吸収されたものとして取扱われている。従って、実際観察できる試料厚さは、既述の  $1/\mu_0$  での予想値より遥かに上回ることが結論できる。ところが、この非弾性散乱を含めた透過電子線の強度は、既述のごとく測定条件にひじょうに敏感で、対物絞りの大きさによっても著しく影響される<sup>19)</sup>ので、この正確な電圧依存性を求めることはひじょうに困難である。しかし、超高電圧電顕の第一の目的が、これによってどれだけ厚い試料が観察できるかにあるから、実用上観察できる最大の試料厚さを対称を決めて実測すればよい。最初この試みは橋本<sup>15)</sup>によって行なわれたが、最近筆者<sup>19)</sup>および上田<sup>20)</sup>らが詳細に調べた結果、予想以上の好結果が確かめられた。

まず筆者は、観察の対称を結晶内の転位におき、slip trace と、bend contour に現われた equal thickness

fringe との組合せから試料各部の局所的厚さを正確に求め、転位密度が $10^7/cm^2$ 程度の焼鈍した金属について、500kV電顕を用いて各電圧で観察できる試料の最大厚さを実測した。その結果は、Alの場合に100kVで約 $1.3\mu(1.3 \times 10^{-3}mm)$ 厚さだったのが、500kVでは実に $8\mu$ (この際転位像の幅は $100\text{\AA}$ 以下)となり、FeとかCuでは約 $0.4\mu$ だったのが $2\mu$ 以上になっている。従って500kV電顕では100kV電顕に較べてAlでは実に6倍、FeおよびCuの場合でも5倍の厚さの試料が使用できることになり、実用上観察可能な試料厚さは転位像を対称とする限り電圧に比例、またはそれ以上に増加していることになる。

これに対して上田らは、電子回折に現われる菊池線と、同じく転位像のコントラストの関係に着目して、モリブデンナイトについて菊池線の観察できる極限の厚さの電圧例存性について調べた。その結果は第3図に示したごとく500kVでは100kVでの4倍以上の試料が観察でき、500kV以上でも従来の予想値よりも遥かに厚い試料が使用できることを実証した。

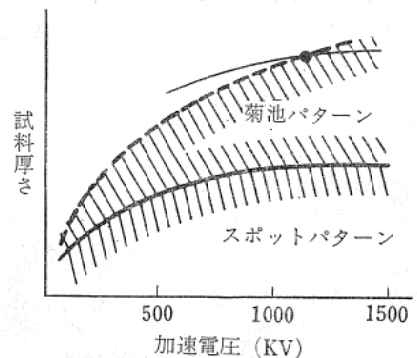


図2 菊池線から予測した加速電圧と観察できる試料厚さとの関係(上田, 野々山<sup>19)</sup>による)

両者の結果には多少の差はある\*が、その細い吟味はともかくとして、実用上使用できる試料厚さは、第1図に示したように、少なくとも500kVまでは電圧にほぼ比例して増加すると考えてよいようである。また500kV以上でも、上田らの結果からも判るごとく、実用試料厚さは既述の  $1/\mu_0$  からの予想より遥かに上回るので、超高電圧電顕は厚い試料を観察するという初期の目的にはほぼ満足すべき結果を与えたことになる。

\* 最大膜厚の実測値は、入射電子線の状態とか観測条件によってかなり変化するから、今後さらに増加する可能性を含んでいる。従って、これら最大厚の値は現在われわれが日常使用している状態での目安程度と考えてほしい。ただし各電圧における実測値の比は実測値それ自体よりはかなり信頼がおける。

#### 4. 超高電圧電顕で期待される新しい研究分野

前筋で述べたように、超高電圧電顕では予想以上に厚い試料が使用できる。従って、まず、①今までかなり困難視されていた試料作製が遥かに楽になるほか、②試料内の格子欠陥とか組織が立体的に観察できるとか、③既述のごとく同じ厚さの試料では明、暗両視野像ともに解像度のよい鮮明な像が得られる、④  $(0.1\mu)^2$  以下の微細な個所からの制限視野回折が可能となる、⑤観察中の試料汚染度が著しく減小する、などのひじょうに多くの効用が得られる<sup>19,6)</sup>。しかし、これらはいずれも実用上重要であり、それぞれ大きい効用が期待されるが、必ずしもこれらが超高電圧電顕の効用を代表するものとはいえない。即ち、超高電圧電顕の真の効用は、初めにも述べたごとく寸法効果を著しく受けやすい結晶の諸現象の動的挙動を bulk なものと同様に電顕下に再現できるか否かにかかっている。もしもそれが可能であれば、その挙動を連続的に追跡することによって、現象の本質とか機構が直接目で確認できることになり、まさに結晶物性を研究しているものにとっては画期的な研究手段が確立されることになる。

では、実際にはどの程度超高電圧電顕によってこの目

的が達せられるのか？ ここに筆者らの所で500kV電顕で確かめた2, 3の例を挙げて、このことについて述べてみたい。

##### 4.1 金属の再結晶および結晶粒の粗大化の連続観察

純度99.99%の多結晶 Al と、(111)  $(2\bar{1}\bar{1})$  方位の Fe-3%Si 合金の単結晶を、それぞれ80%および60~80%冷間加工した後、電顕用加熱装置を用いて電顕内で直接加熱して、再結晶およびその粗大化を連続的に追跡した<sup>6), 21), 22)</sup>。

この再結晶現象は、試料厚さに著しく敏感で、今まで100kV電顕では直接この現象を観察することは不能とされていた。ところがわれわれの検べた結果ではこの膜厚効果は意外に弱く、膜厚が約 $1\mu$ 以上になると、上記いずれの試料でも bulk な時とほとんど同様の現象が現われてくる<sup>21), 22)</sup>。第3図は約 $1.5\mu$ 厚さの Al での一例<sup>22)</sup>であるが、この程度の厚さになると、再結晶はもちろんのこと、以後の再結晶粒の粗大化も bulk のそれと同様に、電顕下で再現できる。なおこの図で、+,  $\Delta$ ,  $\circ$  の印はそれぞれ同一結晶粒を表わし、 $\uparrow$ で示した黒い粒子は同一個所を示す印となっている。

500kV電顕では、転位密度が $10^{10}/\text{cm}^2$ 以上の強加工材でも Al だと $4\mu$ 程度(転位密度が $10^9/\text{cm}^2$ 程度だと約 $6\mu$ )、Fe系合金でも $1\mu$ よりやや厚い試料が使用でき

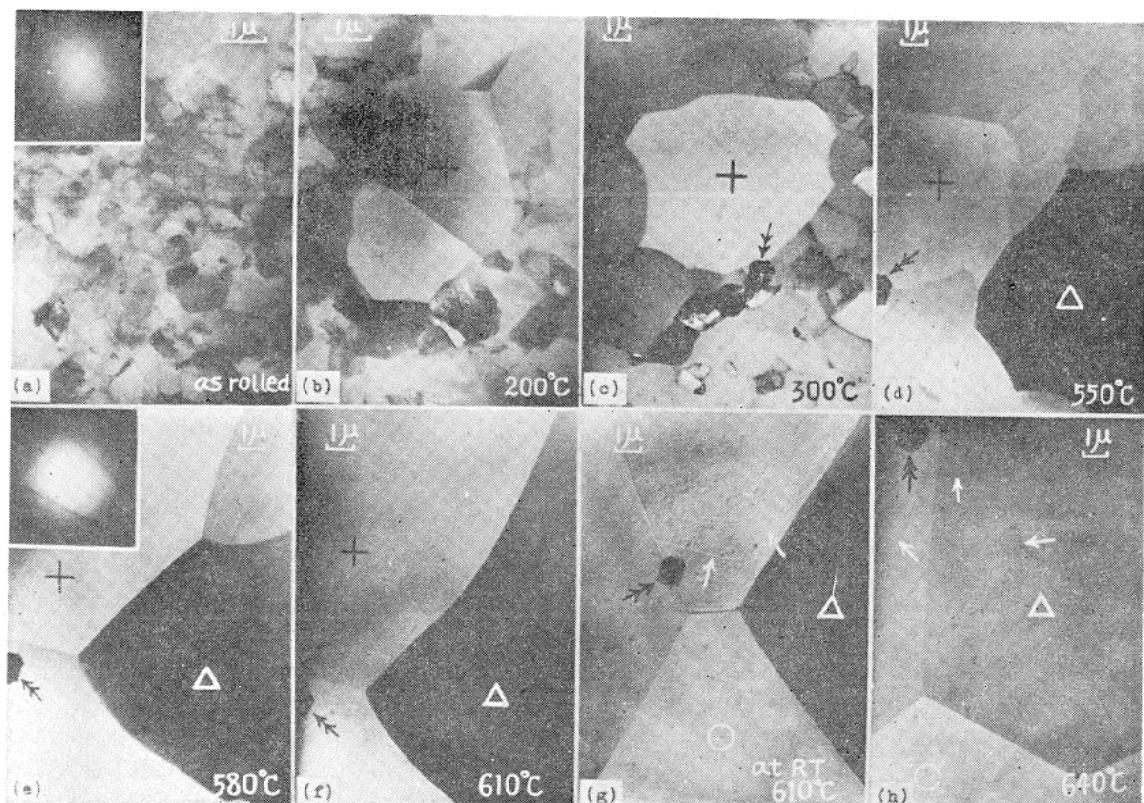


図3 電顕内の加熱による Al の再結晶の連続観察。試料厚さは約 $1.5\mu$ で、写真中白い矢印で示した模様は熱腐食による結晶粒界の痕跡である。撮影電圧：350kV

る。これに対して、100kV 電顕では、同種の試料だと Al でも  $0.8\mu$  以下、Fe 系合金だと  $0.3\mu$  以下の薄い試料しか使用できない。従って、この種の研究は超高電圧電顕によって開発された分野の一つといえる。

#### 4.2 転位の動的挙動の連続観察

転位の挙動は結晶物性に密接な関係をもっており、その研究は重要な課題の一つである。これに対して、電顕法

は現在もっとも秀れた転位の観察法として広く採用され、大きい効用を示している。しかし、転位の挙動は最も寸法効果を受けやすい現象の一つで、bulk に対応する現象は今までの 100kV 程度の電顕ではもちろんのこと<sup>25)</sup> 超高電圧電顕でも最も可能性の少ないものと考えていた。例えば、bulk な試料を加工すると、ある加工度以上では転位がからみ合った cell と呼ばれる構造がほとんど

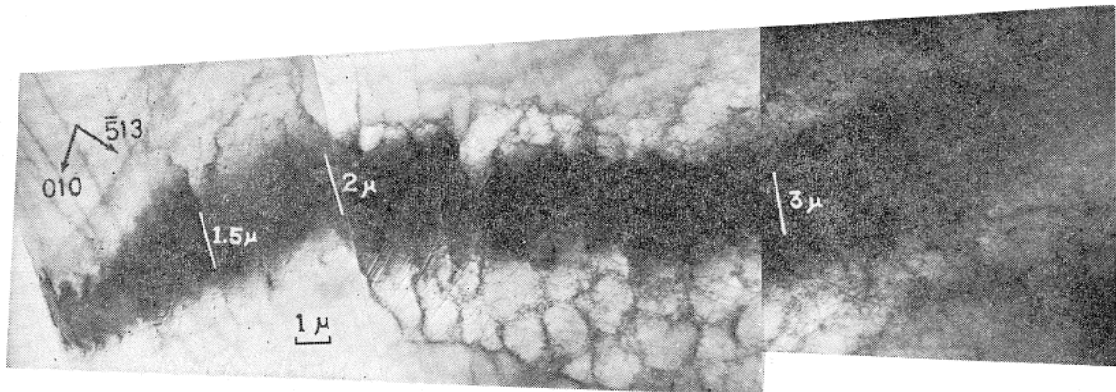


図4 加速電圧500kV の電顕内で、直接引張り変形を与えることによって形成された Al の cell 構造。試料は楔状断面をしており、左端が薄い試料端である。

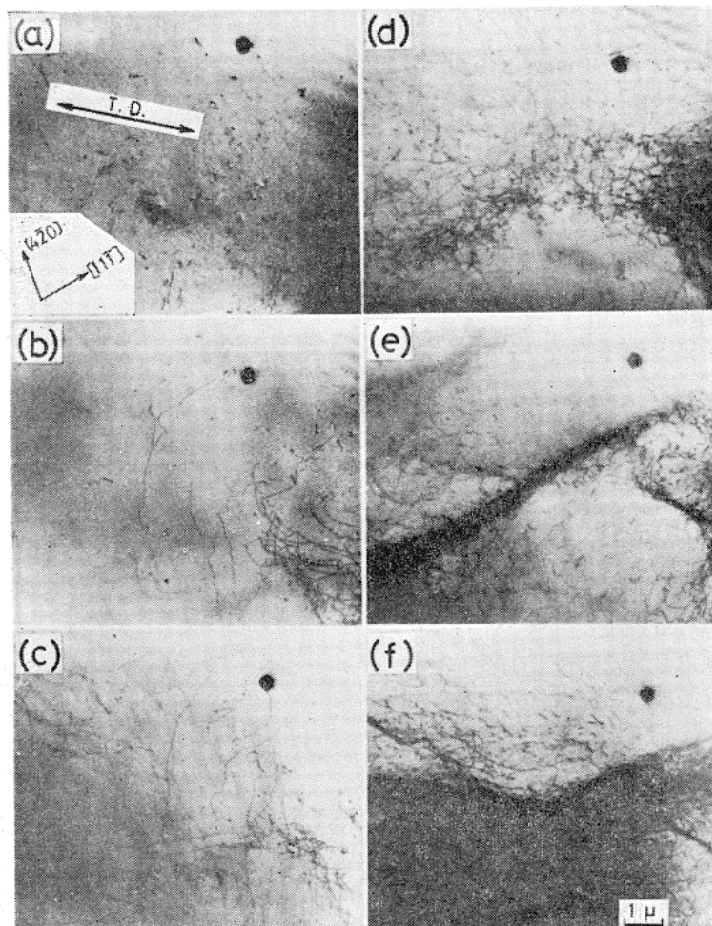


図5 加速電圧500kV の電顕内で、引張り装置によって追跡した Al の cell 構製の形成過程。各写真中右上方にある黒い点は同一箇所を示すマーカーであり、T. D. は引張り方向を示している。

例外なく形成されるが、電顕で観察可能な厚さの試料を加工した場合にはこの種の構造は全く現われない。ということは、これら薄膜試料内の転位の挙動は bulk の場合とかなり異なっていることになる。従って、bulk な結晶での転位の挙動を電顕下で再現するためには、少なくとも cell 構造が加工によって形成される膜厚の試料を使用する必要がある。

そこで、純度99.99%の多重すべり方位の Al 単結晶を電顕内で引張り装置を用いて加工したところが、結果は予想以上に好都合で、第4図のごとく見事に形状および大きさともに bulk のものと全く類似した cell 構造が現われることが500kV 電顕で確かめられた<sup>26)</sup>。もちろん、この現象は結晶方位によって大きく変化するが、第4図では cell 構造に相当するものは、約1.5 $\mu$  厚さ程度（この厚さは既述のごとく100kV 程度の電顕では観察不能である）から現われ始め、約3 $\mu$  厚さ以上になるとほぼ完全に bulk の状態を再現している。従って、Al の場合には3 $\mu$  厚さ以上の試料を使用すれば、その内部で起こる転位の挙動は少なくとも転位の相互作用に関してほぼ bulk の状態を再現していると考えてよい。Al の場合は、露出時間を1~2秒に制限しても、500kV 電顕では4 $\mu$  厚さの膜を使用できるから、Al またはそれよりさらに原子番号の若い物質では500kV 程度の電顕で、すでにこの種の研究を行なうことができ、超高電圧電顕で開発された最も優れた新分野ということが出来る。

第5図は、Al 内の cell 構造の形成過程を示した連続写真の中の数コマであるが、これらの結果から従来予想されなかった新しい現象も次々と発見されつつある<sup>27),28)</sup>。

#### 4.3 その他の1, 2の例

以上のほかに、従来電顕が多く用いられている転位密度の測定についても、溶質原子による転位の固着作用が著しい結晶、例えば純 Fe の場合には、C が5ppm 程度の高純度のもので0.1 $\mu$  厚さ以上だと問題はないが、固着作用が弱い結晶、例えば99.99%純度の Al だと、安心できるためには約0.8 $\mu$  より厚い試料で観測する必要があることが確かめられた<sup>9),29)</sup>。これらの値は、Al の場合には100kV 電顕では観察できる限界の厚さであるから、転位密度を正確に求めるためにはこの限界厚さ以上の試料が観察できる電圧の電顕を必要とする。

また、マルテンサイト変態のようなものにしても、Cu-Al 合金ではあるが、100kV 程度の電顕で観察できる厚さの試料では、熱処理によってできるマルテンサイトは bulk のものとは結晶構造すら異なるものになることがある<sup>6),30)</sup>。従って、この種の相変態の研究にも、超

高電圧電顕は大きい効用を発揮する。

以上はいずれも格子欠陥の挙動に関するもので、すべて超高電圧電顕によって厚い試料が使用できることによるものである。この他にも、超高電圧電顕は放射線に弱い物質の電顕観察にも有効のようである。小林<sup>31)</sup>によると、ポリスチレンの結晶は照射に著しく弱く、100kV 程度の電顕では数分の観察で結晶質から非結晶質に変化する。彼は、一定の構造変化をおこすのに要する電子の照射量と、電子線の加速電圧との関係を求めて、第6図の結果を示し、超高電圧電顕の有利さを証明している。この理由の詳細はともかくとして、これも照射に弱い材料を扱っている人々にとっては興味ある結果である。

以上は、今までに確かめられた超高電圧電顕の効用の一部であるが、超高電圧電顕の出現によって、このように bulk での現象をそのまま電顕下で連続的に研究できることは画期的なことで、今後この方面の研究に、超高電圧電顕は大きく貢献するであろう。またこの厚い試料が観えるということは、[I] で述べられたように生物学の研究にも非常に効果的で、生物用カプセルの製作とか、後述の電顕像の記録法の改良によって、今後新しい研究分野の生まれる可能性を多く含んでいる。

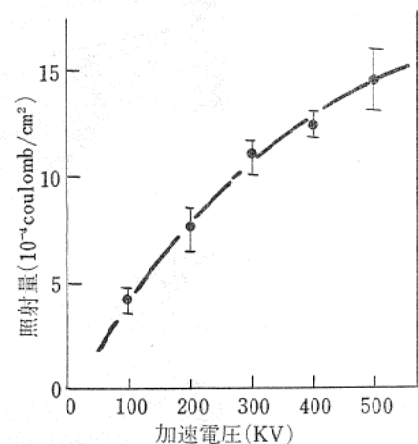


図6 加速電圧と損傷を起こす照射量との関係 (小林<sup>29)</sup>による)

## 5. 超高電圧電顕で一層重要となる試料処理装置

上で述べた如く、超高電圧電顕の出現によって電顕法の結晶物性への効用は飛躍的に進展するが、ここで忘れてならないのは試料処理装置の開発である。しかも、試料を処理する場合に重要な点は、結晶内の格子欠陥などの電顕像のコントラストは、回折条件にひじょうに敏感であるため、試料内の刻々変化する現象を連続的に追跡するには傾斜装置を使って必ず常時試料の回折条件を一

定に保たなくてはならない。従って、結晶の研究に超高電圧電顕を活用するためには、ぜひともこの条件を満足する万能試料台をまず用意しなければならない。われわれの所の500kV電顕が、電圧ではToulouseの1,500kV電顕に遥かに劣っていながら、金属への効用を前節のごとく見出し得たのは、実にこのような万能試料処理装置の開発を電顕自体の開発と同時に進めた所産で、今後も各目的に応じたこのような装置の開発がなくてはじめて超高電圧電顕の利点を生かした新しい効用が各分野で発揮されるものと考えている。

この他に、電顕用附属品として必要と考えられるものに image intensifier のような電顕像の記録法の改良がある。既述の各電圧において観察出来る試料の実用的最大厚さは、ある範囲内では像の明るさに比例するといえる。したがって、像の明るさを増巾して記録できる方法が開発されれば、低電圧でも可成り高電圧の電顕に相当した効用が期待できる。また、超高電圧電顕では既述のように種々の現象を連続的に追跡できるが、これらの現象の進行は一般に非常に早く、刻々変化していく現象を現在の直接撮影法では高々数秒間隔、間接法を用いても数分の一秒程度にしかとらえることが出来ない。これでは切角 bulk の現象を電顕内で再現しながら、超高電圧電顕の効用が著しく削減されてしまう。この意味では、今の写真法より記録の早い方法が開発されれば、早くなっただけ多くの情報が得られることになり、超高電圧電顕の効用は段違いに上げられる。

一方、高分子とか生物体では、電子線で生ずるコントラストは一般に弱く、電圧を上げた場合には増々コントラストを失うことが心配されているが、若しも像のコントラストを電子管回路を利用することによって広範囲に増減できるとすると、この問題も解決することができる。

以上の意味で、上記 image intensifier のような電子による像のコントラストとか明るさを電子管回路を通じて増巾する記録法は非常に有望である。なお、このような記録法は、超高電圧電顕の今一つの問題である漏洩 X線対策にも有効である。

従来ともすれば超高電圧電顕の開発に専念するあまり、上記附属装置と呼ばれる試料処理装置とか観察装置は、第2義的に考えられる傾向があったが、これらの装置は超高電圧電顕において初めてその本領を発揮することを考え、今後両者の開発は平行して行なわなければならない。

## 6. 結 語

以上いろいろと述べたが、正直に言って超高電圧電顕が本格的に登場してから日も浅く、その効用もやっとそ

の一端を確かめただけである。しかし、予想以上に厚い試料が使用できることは超高電圧電顕の最大の収穫で、今後この利点によって結晶物性および生物体の研究への効用の大きいことが期待される。

ここで今後の研究の目安のためには、今までわれわれの所の500kV電顕で確かめた結果を示すと第1表、第2表のようになる。この2つの表を較べて見ると、Alでは500kV電顕で広範な研究ができるのに対して、FeおよびCuでは再結晶とか相変態が何とかできる程度である。Lenz<sup>33)</sup>によれば、原子番号の若い物質ほど非弾性散乱の度合いが多くなり、透過しやすくなる傾向があるので、Al(原子番号13)の例から見て、原子番号が15程度またはそれ以下のイオン結晶などには、500kV程度の電顕でその効用も十分であり、すでに商品化している点でも安心して使用できる。これに対して、FeとかCu、またはそれ以上に原子番号の高い物質の格子欠陥の動的挙動を研究するためには、多少の例外はあるにしても少なくとも3 $\mu$ 以上の厚さが必要でそのためにはさらに電圧の高い電顕を必要とすることになる。この電圧を500kVよりもさらに高めた場合には、使用できる最大膜厚は500kVまでのごとくに電圧に比例して増加するとは限らない。しかし、既述の上田らの結果でも判るごとく、電圧が500kV以上になっても上記膜厚は従来の理論的予想よりは遥かに上回る事が保証されているし、最近では同時反射の効果によってこのように電圧を上げる方がむしろ効果的であるとの予想<sup>34)</sup>すらある。

第1表 bulk な試料とほぼ同様の現象を観察するのに必要な膜厚

転位密度の測定	再 結 晶
Al(99.99%純度) : >0.8 $\mu$ Fe(5ppmC) : >0.1 $\mu$	Al(99.99%純度) Fe-3%Si } >1 $\mu$
マルテンサイト変態	転位の動的挙動
Cu-11.9%Al : >1 $\mu$	Al(99.99%純度) : >3 $\mu$

第2表 500kV電顕で観察可能な最大の膜厚

材 料	転位密度 $\leq 10^7/cm^2$ の焼鈍材	転位密度 $\geq 10^{10}/cm^2$ の強加工材
Al	$\geq 8\mu$	$\geq 4\mu$
Fe および Cu	$\geq 2\mu$	$\geq 1\mu$

従って、世界に先んじて、電顕製作技術でトップを行くわが国で、近き将来少なくとも加速電圧2,000kV以上の電顕をそなえ、あらゆる物質の性質を広範に調べられるようにしたいものである。

このような情勢の時に、目下大阪大学で“超高電圧顕微鏡センター”(仮称)施設準備委員会が発足して全学的に促進されていることは誠に意義深く、従来超高電圧電顕では鏡体関係を初め、生物(既述の深井教授の他に、1965年には浜教授(医学部)が系統的に生物学への応用を試み学会の注目を浴びている)および無生物への応用面で数多くの業績を挙げた大阪大学で、是非とも名実ともに世界最高の電顕を完成したいものである。

### 参 考 文 献

- 1) 例えば上田(良): 金属物理, 8 (1962) 183; 科学, 36 (1966) 114参照.
- 2) K. Kobayashi, E. Suito and S. Shimadzu: Proc. 4th Int. Conf. EM, Berlin, (1958) 165.
- 3) G. Dupouy and F. Perrier: J. de Microscopie, 1(1962) 167.
- 4) W. Bollmann: Phys. Rev., 103 (1956) 1588.
- 5) P. B. Hirsch, et al: Phil. Mag., 1 (1956) 667.
- 6) 例えば藤田(広): 日本金属学会会報, 5 (1966) 85参照.
- 7) 堀ら: 日本電顕学会1964年シンポジウムに発表
- 8) 只野ら: 日本電顕学会第20回年會に発表 (1964).
- 9) B. Tadano, et al: Proc. 6th Int. Cong. E.M., Kyoto, 1 (1966) 103, 121.
- 10) M. Watanabe, et al: ibid, 1 (1966) 105, 119.
- 11) K. C. A. Smith, et al: ibid, 1 (1966) 99.
- 12) 藤田, 岩佐: 日本物理学会誌 22 (1967) 目次裏写真
- 13) P. B. Hirsch: J. Phys. Soc. Japan, 17 Suppl., B-II (1962), 143.
- 14) H. Yoshioka: J. Phys. Soc. Japan, 12, (1957) 618.
- 15) H. Hashimoto: J. Appl. Phys., 35, (1964) 277.
- 16) H. Fujita, et al: Japan J. EM, 14, (1965) 131.
- 17) R. Uyeda, et al: Abstracts of Papers, Melbourne Conf., Aug., (1965) I.M-3.
- 18) Y. Kamiya and R. Uyeda: J. Phys. Soc. Japan, 16 (1961) 136; ibid, 17 Suppl. B-II (1962) 191.
- 19) H. Fujita: Japan J. Appl. Phys., 6 (1967) 214; 第6回国際電顕学会に発表 (1966).
- 20) R. Uyeda and M. Nonoyama: Proc. 6th Int. Cong. EM., Kyoto, 1 (1966) 113.
- 21) H. Fujita, et al: Japan J. EM., 14 (1965) 131; 14 (1965) 307.
- 22) H. Fujita: Japan J. Appl. Phys., 5 (1966) 729.
- 23) J.E. Bailey: Phil. Mag., 5 (1960) 833.
- 24) H. Hu: Trans. AIME, 224 (1962) 75.
- 25) H. G. F. Wilsdorf: ASTM Tech. Publ. No. 245(1958) 43.
- 26) H. Fujita: J. Phys. Soc. Japan, 21 (1966) 1605; Proc. 6th Int. Cong. EM., Kyoto, 1 (1966) 289.
- 27) H. Fujita: J. Phys. Soc. Japan 6 (1967) 1349.
- 28) H. Fujita and H. Yamada: Preprint of Int. Conf. on the Strength of Metals and Alloys, Tokyo (1967) 511.
- 29) Y. Kawasaki and H. Fujita: Proc. 6th Int. Cong. E.M., Kyoto, 1 (1966) 291.
- 30) S. Kajiwara and H. Fujita: ibid, 1 (1966) 457.
- 31) K. Kobayashi and M. Ohara: Proc. Int. Cong. EM., Kyoto, 1 (1966) 579; Bull. Inst. Chem. Research, Kyoto Univ., 42 (1964) 473.
- 32) H. Fujita et al.: Trans. NRIM, 9 (1967) 54.
- 33) F. Lentz: Zeit. Naturforsch., 9a (1954) 185.
- 34) A. Howie: Phil. Mag., 14 (1966) 223.