

大阪大学における3MV級超高電圧電子顕微鏡

大阪大学工学部教授 藤 田 広 志

§1. はじめに

電子顕微鏡（以下電顕）法は、その分解能の高いことから数十オングストローム程度の極微細な場所に関する情報を得られることが最大の長であった。1956年頃になって、結晶性材料を電子線の透過できる厚さまで薄くする方法が確立されて以来、電顕法はこの場所的情報の正確さに加えて、更に $(1\mu)^2$ またはそれ以下の領域の結晶構造に関する情報も同時に得られるようになり、その効用は飛躍的に拡大された。

しかし、結晶体の場合には、それを薄くするだけでも内部の構造、特に格子欠陥に可成りの変化をうけるだけでなく、薄い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通常の厚い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最も優れた長を發揮し、その上これら格子欠陥の挙動を動的に追跡できる能力をもっているだけに、この不満は大きいものであった。そのため、少くともbulkな試料と同じ、または少くともそれに近い現象を現出できる厚さの試料が観察可能な電圧の高い電顕の製作が強く要求され、加速電圧500kVの高電圧電顕が登場した¹⁾

当初この級の電顕によって得られる結果の予想も可成り悲観的であったが、Alのように原子番号が15程度の物質では、既にこの級の電顕でbulkのものとはほとんど同一の諸現象を観察できることが筆者らによって実証された¹⁻¹⁰⁾。このことは、物質の諸現象の過程を格子欠陥の尺度にまで立入って連続的に電顕法で追跡できることを意味し、材料科学にとって正に画期的な研究手段が確立されたことになる。その結果、比較的原子番号の若い金属中の転位密度の

精密測定^{1),2)}の他、転位の増殖³⁾、加工硬化^{4),5)}⁶⁾、回復^{4),7)}再結晶などの諸現象の諸過程⁸⁾⁻¹⁰⁾がしだいに明らかにされつつある。

この他にも電顕の電圧を上げる効果には、一般的によくいわれている(1)明、暗両視野像ともに解像度の高い鮮明な像が得られること、(2)微細な場所での制限視野回折のできること、(3)観察中の試料の汚染、また高分子とか生物のような試料では電子線による照射損傷の減少すること、(4)厚い試料が観察できる結果としてステレオ撮影によって試料の中の微細な構造の立体分布が調べられること、などがある。これらは何れも電顕法の精度を増加させる意味で非常に重要であり、その応用範囲は実に広い。

このような高電圧電顕法の画期的効用は、電顕法の長を飛躍的に拡大したものであり、電顕法の新しい夜明けともいえ、各国で競って1966~1970年に次々と新しい高電圧電顕が設置されていった¹¹⁾。しかも上述の効用は総て電圧の高い程効果的となることが期待される性質のものである関係上、加速電圧も500kVより1,000kV級へと増加していった。その結果として、電子線が系統的な反射群の対称中心で異常に透過するいわゆるブロッホ・ウェイブ・チャンネルングと呼ばれる現象¹²⁾とか、ある特定の電圧で菊地線が消える現象を利用して結晶物質の構造因子を決定する方法¹³⁾を見つけ出すなど、回折現象でも興味ある結果が次々と見出されていった。

この間、高電圧電顕では数々の画期的な効用を実証して先駆者の役目を果たした我が国では日立製作所および日本電子において1,000kV電顕が商品化されたが、国内では僅か数ヶ所に500kV級の電顕が設置されただけであり、国産の1,000kV電顕は総て外国に設置された¹¹⁾と

とは関係者を大いに残念がらせたものである。その為だけとは言えないが、既述の bulk と同一の現象の過程を動的に観察するためには電顕の中で bulk な試料を処理するのと同様の装置を組入れる必要があり、この方面に秀れた技術をもつ日本に本格的に使用できる1,000kV級電顕のなかったことも原因して、その後において材料学科方面では特に目新しい結果は確認されておらず、極微細制限現野回折¹⁴⁾とか、電子線照射損傷の実験^{15),16)}などが目立つ程度であった。しかし或る一面では、原子番号が25以上の物質では例え1,000kV電顕でもAlを500kV電顕で行なったような効用を期待できない面も多く、更に高い電圧2,000~3,000kV級の超高電圧電顕でこれらの点を確認することが必要となった¹⁷⁾。しかもこの級の超高電圧電顕の製作は、各研究目的に応じた電顕の有効電圧を決定するためにも必要であるばかりか、従来の500~1,000kV級電顕に較べて更に新しい研究分野の開発されることも期待できる。

このような超高電圧電顕は仏の Dupouy らのグループと日本の阪大-日立グループによって製作が進められ、共に現在既に稼動しているが、後者は阪大の吹田キャンパスに設置され、既に阪大ではこの級電顕の効用についても基礎的研究を終了して、本格的応用研究を進めている¹⁹⁾。

§2. 超高電圧電子顕微鏡装置

大阪大学における超高電圧電子顕微鏡は、加速電圧300万ボルト級の文字どおり世界最高のものであり、応用研究を主目的として1970, 71年度特別設備として設置されたものである。製作は日立製作所にかかるものであるが、設計の段階から大阪大学の応用研究者の注文を取り入れて、それに基づいて次のような仕様となっている。

- 1) 加速電圧：常用200万ボルト以上（変動 1×10^{-5} 以下）、最高300万ボルト。
- 2) 分解能：理論計算値は約 2×10^{-8} cmであるが、実用的には目標として 4.6×10^{-8} cmの交叉した格子像が常時撮影可能。

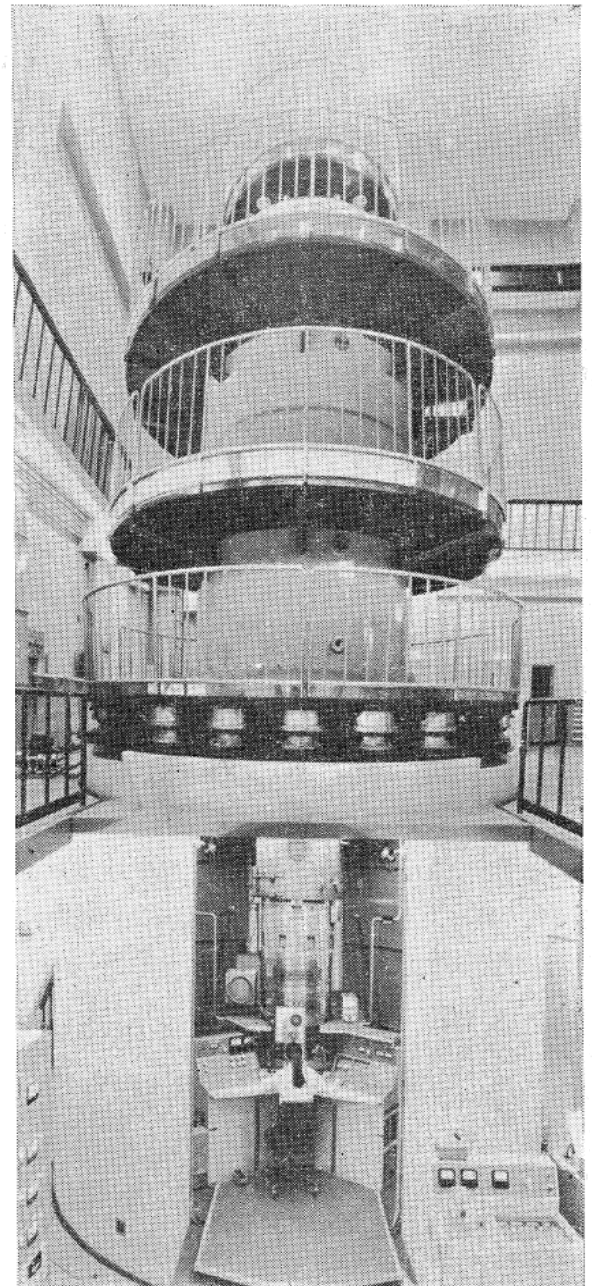


図-1. (a)大阪大学における超高電圧電子顕微鏡の外観

- 3) 直接倍率：上記分解能との関係から10万倍。
- 4) 像記録装置：通常のフィルムによる記録と同時にテレビ方式による連続観察およびビデオ・テープレコーダーによる記録が可能。
- 5) 試料室：応用研究の心臓部ともいふべき所で、全方位傾斜装置（0~30°傾斜可能）を標準装備として以下に示す試料処理のできる機構を備えることができる。
 - a) 冷却：液体ヘリウム温度まで。

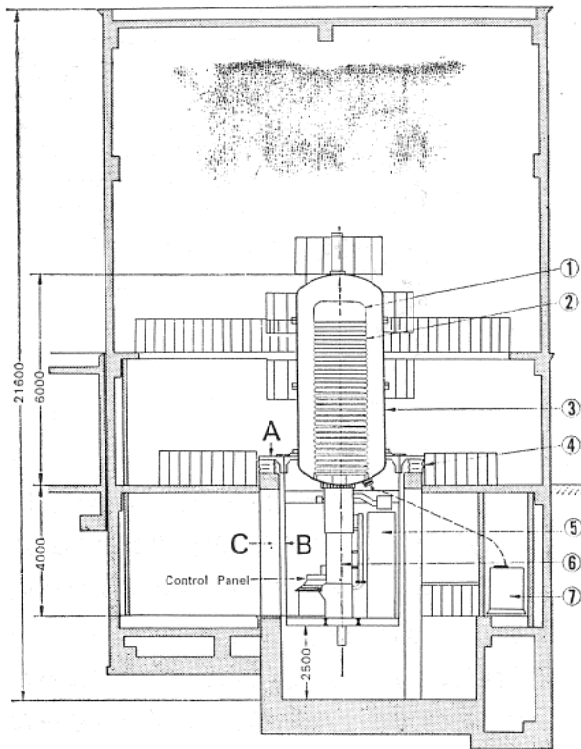


図-1. (b)電子顕微鏡の構成と防震の仕組
 ①Colona Shield
 ②Symmetrical Cockroft Walton Circuit
 ③Pressure Tank
 ④Anti-Vibrating Damper
 ⑤Evacuation System
 ⑥Electron Microscope
 ⑦Transformer

- b) 加熱：1000℃まで。
- c) 引張り加工：標点間距離 2 mm で30%の伸び、またこの加工は液体窒素温度から約 300℃までの任意の温度で行なうことができる。
- d) 種々のカプセル：生物用および無生物用に大別され、種々の雰囲気と温度での実験可能。
- e) 磁区観察：磁場の強さ0~100ガウスに可変。
- f) 放射線損傷：専用イオン銃。
- g) その他研究目的に応じた仕様のもの。

図-1 はこの電子顕微鏡の外観を示したもので、観察系を含めて全長12m以上、総重量約70 tである。

上部のタンクは電源部と加速管を内蔵しているが、電源部はコッククロフトウオルトン方

式の昇圧機構を採用しており、加速管は120段構成で各電極間電圧を2万5千ボルトにして安全を見込んである。なおこのタンクの中には放電抑制効果の強いフロンと窒素の混合ガスを最高10気圧まで充填できるようになっており、上記装置外部の放電を抑えて装置の安定化を試みるとともに小型化に成功している。

装置の下の部分はいわゆるレンズ系で、2組の電子線の径路修正装置、2ケのコンデンサーレンズ、試料室、ピント合せ用の対物レンズ、および倍率用の中間と2段の投射レンズよりなっている。

なお、この電子顕微鏡は上述のように応用研究用であるため、装置に近づく人々の安全と、装置自体の性能管理の容易さおよび安全対策に万全を期して、できる限り稼動時間を多くするよう次の諸点が特に配慮されている。

- 1) 漏減X線対策：安全規準を通常規準とされているものの10分の1である 0.1 mr/時間に抑え、特に操作人の位置では常時これ以下に保っている。
- 2) 操作の安全と容易さ：電子顕微鏡の最大の故障は真空の劣化（これは総べて大放電につながる）と放電にある関係上、それらを極力抑えるためそれらに関する機構には総べて2重、3重の安全機構を施している。また各部の操作については各部分の大型化を考慮して殆どどの駆動部分を電動化してあり、操作に必要な部分は総べて観察位置から電動で遠隔操作ができるように配慮されている。また像観察もテレビ化されているので、特殊な目的の場合には装置より遙かに離れた場所からの操作も可能である。
- 3) 防震対策：超高電圧電子顕微鏡では、装置の大型化にともなって防震対策は大きな問題点である。本装置では丁度重心部（図-1, (b)中Aで示したフランジの面）をダンパーで支えたいわゆる吊り下げ方式を採用している。すなわち、第1図(b)で上部タンクは直接このフランジAで支えているが、レンズ系はこのフランジより更にBのシリ

ンダーを吊り下げてその底板の上にレンズ系および観察系を組上げ，上部タンクとベローで接続している。なお，支えの中心となっているフランジAは図-1(b)で判るようにコンクリート基礎に固定したコンクリート製円筒でダンパーを介して支えられているが，ダンパーには世界でも最初のエヤー・ダンパー（固有振動数を1秒間に0.7サイクルまで下げることができる）を採用している。以上の結果，本装置の防震対策は従来の大きいブロックの上に装置を乗せる方式に較べて遙かに小型化されると同時に効果的になった。

図-1で，タンク部は建物の1階，レンズ系および通常の観察系は地階に位置しているが，本装置のテレビ方式およびその目的のために第1図(b)で示したように地下2階の室が作られている。

3. 電子顕微鏡室

上記電子顕微鏡（以下電顕と略称）を設置する建物は本学施設部の設計によって大阪大学吹田キャンパスに建設されている。図-2はこの建物の外観(a)および平面図(b)であるが，特に防震台など電顕室として種々の配慮が払われている。この建物は大別として電顕棟と附属棟よりなっているが，それらは更にそれぞれの次のような部屋の配置となっている。

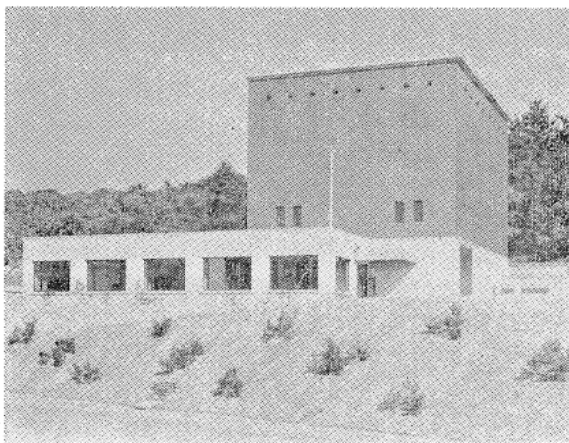


図-2. (a)電顕室の外観

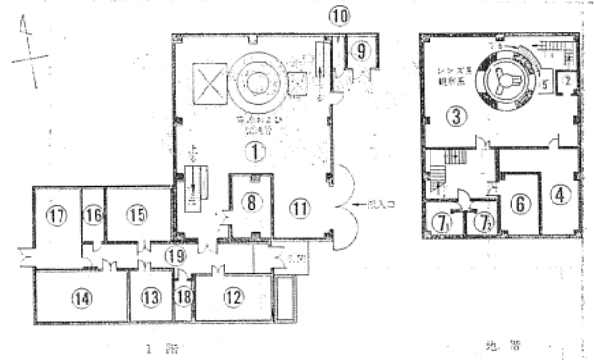


図-2. (b)建物の平面図

〔電 顕 棟〕

- ① 電源および加速管室：一階にある大部屋で，既述の除震台に支えられたタンク部があり，中にコッククロフト-ウオルトン昇圧回路と加速管部が格納されている。その他高圧発生回路，高圧電源安定回路，停電時にバルブなどを作動させるためのコンプレッサーなどが配置されている。
- ② トランス室：地階にあり，防音のために部屋を別にしている。
- ③ 観察室：地階の大きい部屋で，レンズ系，真空系，観察系が置かれ，試料交換，フィルム交換，観察および記録など装置の操作の大半はこの部屋で行なわれる。
- ④ レンズ電源室：これも地階にあって，防音のために部屋を別にして収納されている。
- ⑤ 観察系用地下室：観察室にある鏡体の更に下に設けられた小部屋でテレビ用の像輝度増強管の取付けの他に排気用回転ポンプも置かれている。またこの小部屋の東側には建物の排水用のポンプ室（②の下）の入口がある。
- ⑥ 予備電子顕微鏡用室：超高電圧電顕の活用を円滑にするため，試料のチェックなどの目的で予定されている100~200 kV 級電顕用の部屋。
- ⑦₁，⑦₂ 暗室：互に独立して使用でき，フィルム交換，現象，焼付，引伸しに必要な設備がある。
- ⑧ 資料保存庫：一階にあり，電圧，真空度など装置の運転状況の記録の他，装置部品の一部を収納している。
- ⑨ ポンペ室：電顕棟の外部に設けられた小部

屋で、タンク充填用のフロンおよび窒素ガスをポンプの納入庫、ガスは直接この部屋より配管によってタンクに導入される。

- ⑩ コンプレッサー室：これも電顕棟と分離しており、エアー・ダンパー用のコンプレッサーを設置してある。
- ⑪ 大型部品搬入通路：一階にあり通常はドアを閉じて大型部品の予備品を格納してある。

〔附属棟〕

- ⑫ 事務室および会議室：この部屋は特に10名程度の会議室用として暗幕などスライド映写のための用意がある。
- ⑬ 研究者控室
- ⑭ 技官控室
- ⑮ 試料作製室Ⅰ：簡単な機械加工のほか、蒸着装置とウルトラマイクロームなど試料作製装置のための部屋
- ⑯ 試料作製室Ⅱ：主として試料の電解研磨用の部屋。
- ⑰ 機械室：建物全体の電源、空調のための機械類を納めてある部屋。
- ⑱ トイレ。
- ⑲ ホール。

この他、電顕棟では⑧の上が中2階的になっており、電顕のタンク内部品取換用架台とか、タンクを解体した際の大型部品の置場となっておる。また①の天井には5 tのクレーンを、地階の③の天井には3 tのチェーンブロックが備えられ、また電顕用タンクの下部にはレンズ系組立解体用の専用リフトが取り付けられている。

§4. 3000kV級電顕の効用についての2,3の例

A) 観察可能な試料厚さの電圧依存性¹⁹⁾

材料科学を研究している者にとって、この級電顕で果してどの程度の厚さの試料が観察できるか最大の焦点である。そこでまず乾板法によってこのことを確かめて見たのが図-3である。測定には図の左上部に示してある18-8型ステンレス・スチール、Al および Cu を試料として用いた。これら各電圧における試料の最大使用厚さ(t)を普通使用されている100kVでのそれ

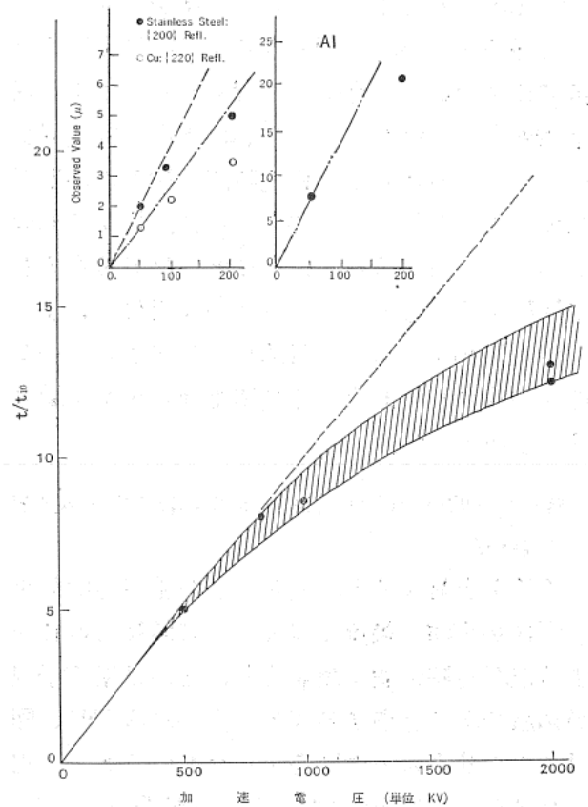


図-3. 観察可能な試料の最大厚さと電顕の加速電圧との関係

(t_{10}) の何倍になっているかを示したのがハッチングを入れた下の曲線で、縦軸は t と t_{10} との比を、横軸に測定した各加速電圧を示してある。この図で判るように、電圧 500kV までは電圧に比例して試料の最大使用厚さは増加しているが、600~700kV からしだいにこの比例関係からずれてくる。しかし 2,000kV で既に 100 kV の 12~13 倍も厚い試料が使用でき、従来理論的に予想されていた²⁰⁾ 3 倍程度 (電圧を無限大にしても 3.3 倍程度) の値より遙かに厚い試料が使用できることになる。実用的には、2,000 kV ではよく焼鈍した Al で 20 μ m もの厚いものがまた Ag, Au とか W のように原子番号の大きい材料でも 2~3 μ m 程度の厚さの試料が使用できることになる。従って、2,000~3,000kV 電顕では、殆んど総ての材料について 500kV 級電顕で Al について行なったと同様に現象の各過程を格子欠陥にまで立入って直接眼で連続的に追跡できることになり、材料科学にとって画期的な研究手段が確立されたことになる。

なお図-3によって、各研究目的 (材料の種類

と対称とする現象)に応じた電圧を容易に選ぶことができるが、使用できる試料の最大厚さは後述の反射群の対称中心に現われる電子線の異常透過現象(ただしこの場合には電子線照射損傷も強くなるから比較的短時間の観察とが照射損傷を問題としない現象の観察に限定する必要がある)を用いるとか、透過波に反射波を入れて撮影する方法²¹⁾、TV方式の採用などによって更に増加するので、目的に応じてこれらの条件を加味すれば能率よく使用加速電圧を決定することができる。

B) 系統的反射群の対称中心に現われる電子線の異常透過

電圧が上昇すると、波長および相対論的効果の関係から同一箇所でも多くの系統的反射群に属する波が同時に強く励起され、その結果電子線が結晶をよく透過する現象が現われる^{22),12)}。図-4はこの結果の一例¹⁹⁾を示したものである。用いた試料は楔状断面(図の下の方が薄い)のAlであるが500kVの写真で2本の縞状模様(この部分で強い{111}の反射が起っている)の間が現われていたのが、2,000kVではこの部分に明るい別の縞模様が新しく現われている。1,000kVでは500kVと2,000kVの間で、薄い部分で辛うじて上述の{111}反射の間の部分が明るくなっているだけである。従来この現象はHumphreys¹²⁾らによって1,000kVで見出されているが、1,000kV級電頭ではAg, Auのように原子番号の大きい物質でないと現われず、Alのように原子番号の若い物質では反射次数の最も低い{111}反射が強く現われる箇所でも殆んど認められなかった。この種の異常透過現象が現われる時は、図-4の2,000kVでの写真で見られるように、{111}反射の対称中心((111)と $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ 反射との中間)の所は写真の上部の試料が厚い箇所でも明るく現われる。したがってこの現象を用いれば、既述の試料の使用最大厚さは図-1に示したものより更に厚いものが使用できることになる。勿論この異常透過の起る場所では後述のように電子線照射損傷の度合が強くなる関係上、長時間の観察には適当ではないが、単時間の観察とか、電子

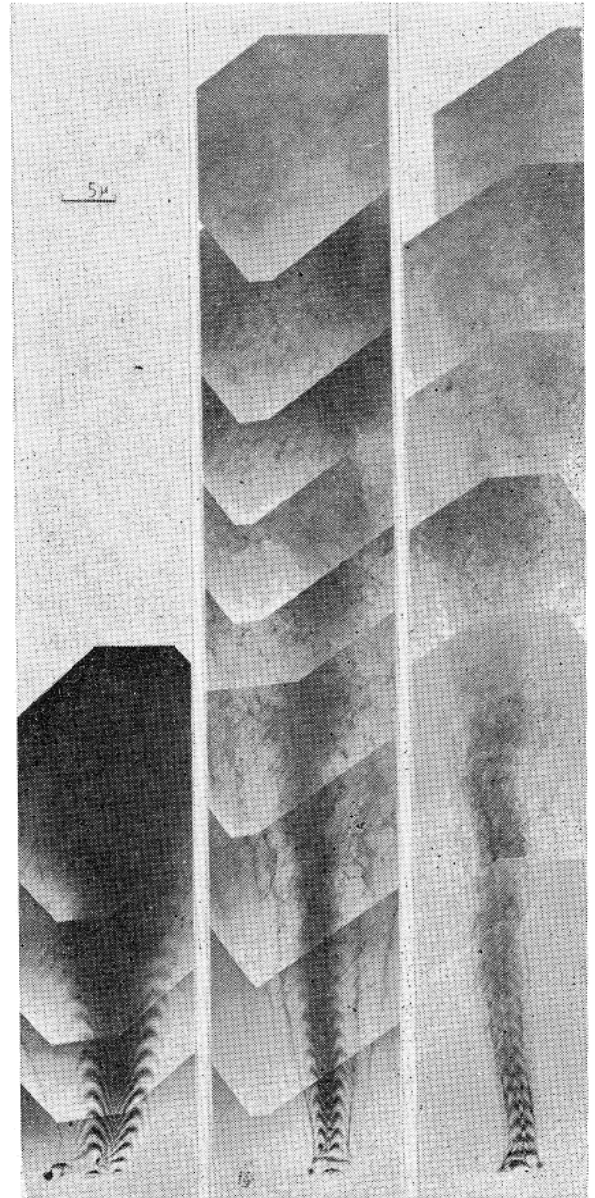


図-4. Alにおいて系統的反射群の対称中心に現われた電子線の異常透過現象. 500kVで黒いところに2000kVでは別の明るい縞模様が新しく現われている。

線照射損傷が問題とならない現象の観察にはこの効果は有効に利用できる。

以上の異常透過現象は、同時反射とか電子の非弾性散乱など回折現象としても大変興味ある現象であるが、一方では電子線が結晶と作用する際に粒子としての性質が電圧の上昇するにつれて強くなることにも対応²³⁾して、電子チャンネルングと呼ばれている。この電子のチャンネルングの度合は電子線照射損傷の度合とよい一致を示している²⁴⁾ことは非常に興味ある現象であり、今後この異常透過現象の応用は多

い。

C) 電子線による照射損傷とその度合

電子線による照射損傷の研究は従来のバンドグラフなどの装置によって行われていたが、超高電圧電子顕微鏡の登場によってこの種の研究は新しい段階を迎えたといえる^{15),16),25),26)}。その理由としては、照射損傷によって物質の中に形成された種々の欠陥の挙動が高分解能で連続的に追跡できることもあるが、電顕の場合には

①加速電圧の安定度が 1×10^{-5} 程度で従来のものより2桁以上もよいこと、②電子線の広がり極めて少なく (10^{-3} ラジアン程度) て、ほとんど平行なビームと考えてよいこと、③電子線を容易に数 μm^2 程度にしぼることができる結果、電子の密度を従来のものより数桁大きい一秒間に 1 cm^2 あたり 10^{18} ケまたはそれ以上にまで強めることができる、など数々の大きい効用がある。

ほとんどの物質で電子照射損傷をうける臨界の加速電圧は $2,000 \text{ kV}$ 以下であるから、 $3,000 \text{ kV}$ 級電顕は物質の電子照射損傷の研究に画期的な効用を発揮する。筆者ら¹⁹⁾は既にこれらの基礎的研究を行なっているが、その結果次のような新しい事実が次々と明らかにされている。

- a) 損傷によって形成される2次欠陥の量は Makin¹⁵⁾も指摘した如く結晶の反射に強く依存し、反射指数の高くなる程少なくなり、また同一反射では反射条件からはずれ程急激に減少する。
- b) 同一反射であっても、結晶中を電子線が透過する方向によって損傷による2次欠陥の量は著しく変化する。
- c) 前述の系統的反射群の対称中心で電子線の異常透過現象が強く現われる箇所では損傷の度合は著しく増大する。

以上の結果は理論的には結晶中における電子線の粒子性の強弱とよい対応²³⁾を示しているが、これらの結果から考えると従来の研究はこれらの現象をぬりつぶしたものを測定していたことになり、今後 $3,000 \text{ kV}$ 級電顕のこの分野への大きな効用が期待される。図-5は反射の指数によって損傷の度合が著しく異なることを示

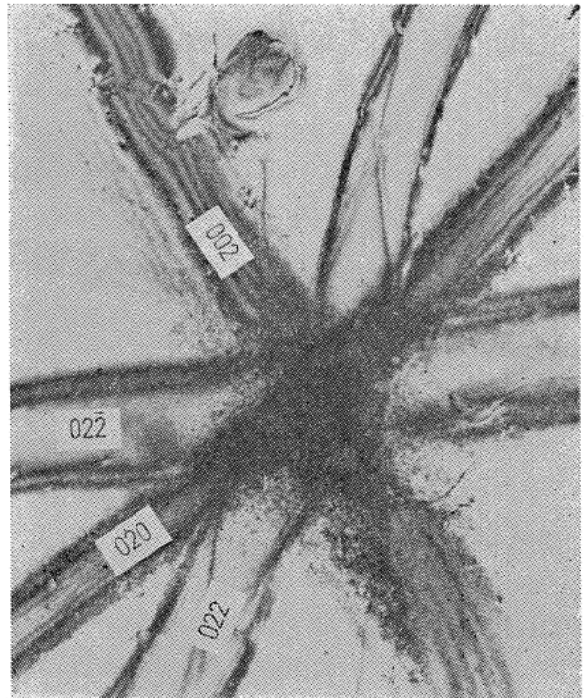


図-5. 18-8型不銹鋼を電子線を極力しぼって照射した際の損傷。{002}と{020}の反射の強く起っている場所で損傷による2次欠陥の量が著しい。

した一例で、18-8型不銹鋼を、 $2,000 \text{ kV}$ に加速された電子で最強の条件下 1 cm^2 あたり 4.8×10^{21} ケ照射したものである。図の暗い部分はそれぞれ{200}および{220}の反射が強く起っている場所であるが、{200}の反射が強く起っている場所では黒い細かい点が無数に現われているのに、{220}のそれぞれではほとんど現われていない。これら黒い細かい点は電子線の照射によって形成された点欠陥が集まって形成された転位ループであるから、今もし単純にこれら転位ループの総面積は照射によって形成された Frenkel 対の数の函数であると仮定すると、この図から{200}反射の方が{220}反射より遙かに多くの欠陥をつくることになる。

ところでこのような電子照射損傷は通常の電顕観察には大きい弊害となるが、既に述べたように電子線による照射損傷は単に加速電圧とか照射量だけではなく、電子線と結晶の關係に著しく依存している。そこで、これらの現象を逆に利用すれば同じ加速電圧、同じ照射量であっても損傷の度合を著しく減少させることができる。更に、上述の研究は電子照射損傷のために最高の照射条件で確かめたものであるが、観察

中の電子密度はこれらの値より4~6桁も少なくすることができる。また、像輝度増強管などの使用によって更に観察に要する電子線の強度を数桁下げることが容易にできる。したがって試料中の同一箇所を1時間以上も観察する場合でも少くとも転位ループのような2次欠陥を無視できる量に抑えることは容易である。

D) 種々のカプセルの利用

金属を種々の状態で研究するとか、生物試料を生のまま(また生きたまま)で研究するためにはカプセルの使用が必要となるが、これらカプセルには目的に応じた材料を使用しなければならぬこと以外にカプセル中に種々のガスとか液体を挿入することも必要となる。したがって1,000kV以下の電顕では使用するカプセルに著しく制限をうける関係上3,000kV級電顕での効用が大きく期待できる。

大阪大学では既に金属学¹⁹⁾および生物学²⁷⁾での基礎的研究を行ない、例えば金属学では液体構造の決定、気相-液相-固相間の変態などの研究は勿論のこと、電顕法を従来の固体物性だけではなく、化学反応過程の研究分野にも大きい効用を發揮させ得ることを確かめている。また、生物学では、電子照射損傷の度が少なくとも1,000kVまでは加速電圧が上昇するにつれて減少するとともに、一定照射量で生存する生物の割合は電圧の増加するほど増加することが確かめられており、今後の研究が期待できる。しかし生物学では生きたままをそのまま観察するためには染色しないでも組織のコントラストを出す方面の研究が進められねばならない。そのためには今後種々の撮影が試みられるであろうが、最近実用化の始まった蓄積管の活用とか、更に進んで大型電算機をつかった画像情報処理は今後有望となるであろう。今までの生物試料の観察は丁度水中を遊泳するいわしを見るのに、その薄い切身の着色したひものを観ていたことに相当するが、この論法でいくと超高压電顕によって切身でない一匹のめざしの厚いひものをステレオ法で観察することができ、ついで生のままの冷凍いわしを上記の画像情報処理技術によって観ることができる段階に近い。この

生のままの観察が可能となれば、例えば光学顕微鏡で細胞の増殖とか分裂を追跡して、変化の起った瞬間にそれを液体窒素につけて凍結し、それをカプセル内で観察する方法も可能となるし、更には一歩進んで電子照射量を著しく少なくして生物を生きたままに観察することも夢ではないであろう。

上述の画像情報処理技術の進歩は生物学だけではなく無生物試料にも非常に有効で、例えば非常に厚い試料の観察とか、観察中の電子照射損傷の防止、より早い像記録だけではなく、あらかじめ調べた情報を使って画像よりの種々の情報の採取などその効用は多く、超高電圧電顕の効用はこれらによって更に拡大されるであろう。

以上は今までに確かめられた3,000kV級電顕の効用の一部であるが、製作当初から予想された効用はほぼ満足されると考えられ、今後の活用が大いに期待される。この他にも、この級の電顕では既述の結晶体の構造因子の決定など回折関係にも大きな効用が期待されているし、また結晶中における電子の粒子性の増加を利用した研究にもその効用は大きい。一方では新しい装置の開発にしばしば附随して起こる予想されない未知の効用を見出す可能性も十分あり、その結果も期待できる。

参 考 文 献

- 1) 例えば藤田(広): 日本金属学会々報, **5**(1966) 85; 固体物理, **2**(1967)29; 金材技研報告, **10**(1967)1または上田(良): 金属物理, **8**(1962) 183.
- 2) H. Fujita et al.: Japan. J. appl. Phys. **6**(1967) 214.
- 3) H. Fujita and H. Yamada: J. Phys. Soc. Japan, **29** (1970) 132.
- 4) H. Fujita: J. Phys. Soc. Japan, **23** (1967) 1349; **21** (1966) 1605; *Proc. 6th Int. Cong. EM, Kyoto*, **1** (1966) 289.
- 5) H. Fujita and H. Yamada: *Proc. Int. Conf. on the Strength of Metals and Alloys*, Tokyo, (1968) 943.
- 6) H. Fujita: J. Phys. Soc. Japan, **26** (1969) 331.
- 7) H. Fujita: J. Phys. Soc. Japan, **26** (1969) 1437; Japan. J. appl. Phys., **5** (1966) 729.
- 8) E. Furubayashi: J. Phys. Soc. Japan., **27**

- (1969) 130.
- 9) T. Imura et al.: J. Phys., Soc. Japan, **26** (1969) 1327.
 - 10) 長谷川, 辛島: 日本金属学会誌, **33** (1969) 185.
 - 11) 例えば浜, 藤田, 裏: 応用物理, **38** (1969) 734.
 - 12) 例えば C. J. Humphreys et al.: Phil. Mag., **23** (1971) 87.
 - 13) 例えば D. Watanabe and R. Uyeda: Acta Cryst. **A 24** (1968) 249.
 - 14) 例えば A. Koreeda, H. Okamoto, K. Shimizu and T. Katsuta: RSI, **42** (1971) 1676.
 - 15) M. J. Makin: *Atomic Collision Phenomena in Solids, North-Holland, Amsterdam*, (1970) 205.
 - 16) K. Shiraishi et al.: J. Phys. Soc. Japan, **32** (1972) 964.
 - 17) G. Dupouy and F. Perrier: *Proc. 7th Int. Cong. on EM, Grenoble*, **1** (1970) 129.
 - 18) E. Sugata, K. Fukai, H. Fujita, K. Ura, B. Tadano, H. Kimura, S. Katagiri and S. Ozasa. *Proc. 7th Int. Cong. on EM, Grenoble*, **1** (1970) 121; S. Ozasa, Y. Sakitani, S. Katagiri, H. Kimura, E. Sugata, K. Fukai, E. Fujita, H. Fujita, and K. Ura: *ibid*, **1** (1970) 123; Y. Kato, S. Ozasa, S. Katagiri, K. Ura and H. Fujita; *ibid*, **1** (1970) 127; Y. Sakitani, S. Ozasa, H. Fujita and K. Ohji: *ibid*, **1** (1970) 127.
 - 19) H. Fujita et al.: *Japan-U. S. Seminar on High Voltage EM, Hawaii*, Sept. (1971).
 - 20) P. B. Hirsch: J. Phys. Soc. Japan, **17 Suppl. B-II** (1962) 143.
 - 21) H. Hashimoto: *Proc. Stockholm Conf. on EM*, (1971).
 - 22) A. Howie: Phil. Mag., **14** (1966) 223.
 - 23) F. Fujimoto et al.: *Proc. Int. Conf. on Atomic Collision Phenomena in Solids, Gausdal*, (1971).
 - 24) F. Fujimoto and H. Fujita: Phys. Stat. Solidi, (a) **11** (1972)
 - 25) G. R. Woolhouse and M. Ipohorski: Proc. Roy. Soc. Lond., **A 324** (1971) 415.
 - 26) 根本, 小口, 須藤: 日本金属学会誌, **35** (1971)783 および 886.
 - 27) F. Nagata and K. Fukai: *Japan-U. S. Seminar on High Voltage EM, Hawaii*, Sept. (1971).