

# 透過型電子顕微鏡技術発展の系統化調査

1

A Systematic Survey of the Technical Development of Transmission Electron Microscopes

小島 建治 Kenji Kojima

## ■ 要旨

電子顕微鏡は肉眼で見えない小さなものを拡大して観察が出来る機械である。電子の性質を利用して、物体を観察する方法は3通りあり、それぞれの方法により透過型電子顕微鏡、走査型電子顕微鏡、走査プローブ顕微鏡と言われるが、本報告書では、透過型電子顕微鏡について技術発展の系統化を試みた。

19世紀の後半に光学顕微鏡の性能が限界まで到達し、この結果、疫病の原因となる病原菌が特定されて疾病に対して、充分の対応策が取れるようになった。しかし、20世紀の初頭のスペイン風邪等の原因となるウイルスの脅威を取り除くためにはウイルスを特定する必要があったが、ウイルスの大きさは光学顕微鏡で見える限界を越えていた。光学顕微鏡の限界をこえて像の観察が可能な顕微鏡として電子の波としての性質を利用する電子顕微鏡の開発が期待された。

最初の電子顕微鏡はドイツのルスカ等によって1932年に試作された。そしてその7年後の1939年にシーメンス社で商用機が完成し、光学顕微鏡では見えない大きさのウイルスの観察に成功した。当時、電子線で生物を観察することは難しく、光学顕微鏡にかわって電子顕微鏡になると予想するのは少数派であった。だが病気の原因であるウイルスの観察の成功により電子顕微鏡の有用性が一気に高まった。

日本の電子顕微鏡の開発は、海外からの機械の導入ではなく、書籍からの知識の導入や見聞による知見から独自に装置を開発するところから始まった。当時は、電力網構築と安定供給が国家的な課題で、このため日本の留学生がドイツに派遣されていた。これらの帰国留学生が電子顕微鏡の開発の中心となり、1937年に日本の国家的な事業として開発が推進された。日本では戦後、すぐに国産の商用機が5社により供給された。日本国内の市場は大きくなかったが、電子顕微鏡に関連する研究者が多く、1950年代に250台を越える装置が稼働し、技術的なレベルがあがるとともに、装置も電子回折が出来るという特徴が評価されて1955年には海外への輸出が始まった。また、この当時に装置は生物の組織や形状を観察するために必要な分解能が得られるまで進歩した。しかし日立と日本電子は、原子1個が見えるだけの分解能を持つ性能の電子顕微鏡を目指して技術開発を推進した。このような高分解能化により得られる電子顕微鏡像は結晶格子が見えることを必要とした金属や非金属等の材料の解析に有効であった。1970年代に入り、生物学の中心がDNAの発見から分子生物学に移行し、電子顕微鏡の重要度が減少する一方で、材料の開発やデバイスの開発では電子顕微鏡の必要性が増してきたため、高分解能の装置の開発を推進した日本（日立と日本電子）の電子顕微鏡が世界の市場を押さえることが可能となった。

1970年代には先進国は高度大衆化社会になり、自動車や電気製品等の開発や量産化が加速されたが、これらの物品の品質向上には材料の品質向上が不可欠であった。このため物質評価技術として物理分析や化学分析が重要性を増した。このような背景から、既に電子顕微鏡の基本的な電子光学系のレンズやステージの技術が蓄積されていたこともあって、今まで透過型電子顕微鏡で利用していた電子線が試料に照射される時に発生する透過電子以外の2次電子や特性X線を活用して分析機器として利用されるようになった。1980年代には主力の装置は生物用と材料用に区分されるとともに、他の分析手法にない特徴を利用して、汎用に利用される機種以外に、超高真空電子顕微鏡、電子干渉型（ホログラフィー）電子顕微鏡、超高压電子顕微鏡、極低温電子顕微鏡等が開発されている。

現在でも、日本の電子顕微鏡は世界のトップをはしっている。日立、日本電子の機器製造メーカーと共に、世界のトップの研究のツールとして電子顕微鏡を積極的に活用する大学と世界のトップを行く高機能、高品質の素材を供給する素材メーカー、高機能部品を供給する部品メーカー、半導体等のデバイスメーカー等で生まれるコストパフォーマンスのよい製品を供給する産業の恩恵も大きい。今後は、21世紀に実用化が期待されるナノテクノロジーやバイオテクノロジーの研究用に開発される電子顕微鏡の技術が次世代の汎用電子顕微鏡の技術となって社会に貢献することが期待される。

## ■ Abstract

The electron microscope is a equipment that enables small things that cannot be seen with the naked eye to be magnified and observed. There are three main types of electron microscopes each named for the method it uses for observing objects using the properties of electrons. These are the transmission electron microscope, scanning electron microscope, and scanning probe microscope. In this report, we focus on the transmission electron microscope and endeavor to present a systematic survey of its technical development.

The performance of optical microscopes reached their limit in the latter half of the 19th century enabling disease-causing bacteria that play a role in epidemics to be identified and sufficient countermeasures to be taken. Then, in the early years of the 20th century, the need arose to identify viruses to eliminate the threat caused by virus strains that give rise to devastating diseases such as the Spanish flu, but the small size of viruses exceeded the limits of optical microscopes. The development of an electron microscope, which could exploit the wave properties of electrons to enable objects that exceed the limits of optical microscope to be observed, was therefore anticipated.

The first electron microscope was built by the Ernst Ruska, a German physicist, in 1932. Seven years later, in 1939, a commercial version was completed by Siemens AG that was used to observe viruses that could not be seen with optical microscopes. Before this success, the observation of living organisms by electron beams was difficult, and only a small minority of people expected electron microscopes to become a substitute for optical microscopes. This successful observation of disease-causing viruses, however, immediately raised the usefulness of electron microscopes.

The development of electron microscopes in Japan started not with the introduction of machines from overseas but rather with the development of original equipment based on knowledge obtained from books and publications or from actual experiences. At that time, the construction of a power network and stable supply of power were national issues, and Japanese students were dispatched to Germany for this reason. On returning, however, these students came to focus their research efforts on the development of electron microscopes, and in 1937, the development of electron microscopes began in Japan as a national project. Soon after the war, domestically produced commercial electron microscopes came to be supplied by five companies. While the commercial market in Japan was not very large at this time, there were many researchers whose work could benefit from electron microscopy. More than 250 units came into operation in the 1950s, and their export to overseas markets began in 1955 as Japanese-manufactured electron microscopes came to be recognized for their high technical level and electron-diffraction capability. Progress was also made at this time in increasing resolution so that electron-microscope equipment could observe the formation and shape of living organisms. Nevertheless, the aim of Hitachi and JEOL was to develop technology that would raise the performance of an electron microscope to a level of resolution at which a single atom could be observed. The images that could be obtained by an electron microscope with such high resolution would prove useful in analyzing metallic and non-metallic materials, which was necessary to observe crystal lattices. On entering the 1970s, the focus of biology came to shift from the discovery of DNA to molecular biology, and the importance of electron microscopes in this field started to decline. At the same time, the need for electron microscopes in the development of new materials and devices increased. As a result, electron microscopes from Japan (Hitachi and JEOL), which had promoted the development of high-resolution equipment, were able to occupy a major portion of the world market.

In the 1970s, developed nations turned into mass consumption societies as the development and mass production of automobiles and electrical appliances accelerated, and it came to be realized that improving the quality of these articles could not be achieved without improving the quality of constituent materials. The importance of physical analysis and chemical analysis as material-evaluation technologies increased as a result. Against this background, and considering that the industry in Japan had already accumulated basic electron-microscope technologies involving the electron optical lens, stage, and other components, it was found that secondary electrons and characteristic X-rays could be used in addition to transmitted electrons that occur when irradiating a sample with an electron beam as traditionally used in transmission electron microscopes. This capability meant that electron microscopes could also be used as analysis equipment. In the 1980s, key equipment came to be divided into those for biological use and those for materials use, and in addition to general-purpose equipment, there also came to be developed equipment with special features not found in other analysis techniques. This equipment included ultra-high-vacuum electron microscopes, electron-interference (holographic) electron microscopes, ultra-high-voltage electron microscopes, and extremely-low-temperature electron microscopes.

Today, as well, electron microscopes manufactured in Japan occupy a leading position in the world. They provide great benefit not only to Hitachi and JEOL as electron-microscope manufacturers but also to universities that actively use their electron microscopes as world-leading research tools. And by enabling materials manufacturers to supply high-function, high-quality world-leading materials, component manufacturers to supply high-function components, and semiconductor device manufacturers to supply products with exceptional cost performance, electron microscopes are benefiting industry in a big way. In the years to come, electron-microscope technology will be developed for research in such advanced fields as nanotechnology and biotechnology that are expected to reach a practical stage in the 21st century. We can expect this technology to become the basis for next-generation, general-purpose electron microscopes and to make a significant contribution to society.

## ■ Profile

**小島 建治** *Kenji Kojima*

国立科学博物館産業技術史資料情報センター主任調査員

昭和45年4月	日本電子株式会社入社。 開発事業部物理研究室配属： レーザー応用機器の開発業務
昭和50年4月	電子光学事業部： X線光電子分光装置のシステム担当
昭和55年10月	ESCAプロジェクト： X線光電子分光装置の新製品開発
昭和58年4月	電子光学機器技術本部： X線光電子分光装置の商品企画、市場開発
昭和61年10月	同じく：X線光電子分光装置の事業全般
平成2年4月	開発企画管理室：全社の研究開発管理業務
平成4年10月	経営戦略室にて中長期計画策定等、
平成6年10月	新技術事業団（現科学技術振興機構）創造科学技術推進事業「高柳粒子表面プロジェクト」 （ERATO高柳プロジェクト）出向 技術参事
平成12年1月	経営戦略室に復帰、技術戦略グループ
平成13年4月	日本分析機器工業会の技術委員会委員長
平成19年2月	定年退職
平成19年2月	日本電子株式会社嘱託

## ■ Contents

1.はじめに .....	3
2.現代科学の確立と透過型電子顕微鏡の発明 .....	4
3.透過型電子顕微鏡の開発の黎明期 .....	12
4.透過型電子顕微鏡の性能向上と機能拡大 —科学機器から分析機器へ.....	19
5.透過型電子顕微鏡の技術進歩と社会への貢献.....	34
6.まとめと考察.....	39
付属資料 .....	43

# 1 | はじめに

我々の観察対象となる地上の物体をより詳細に、より細かい部分まで見たいという要求は、古くからあり、物体を拡大した像をみる試みはギリシャローマ時代に遡る。顕微鏡は16世紀にその原型が出来、20世紀にはいると、光の性質等が科学的に解明されて、理論的な極限までの性能が引き出された。このような背景で、1897年に現代物理学の基本となる素粒子のひとつである電子が、J.J.トムソンにより発見され、これを端緒として、1926年には現代物理学の基本となる量子力学がディラックとシュレディンガーにより確立し、ダビソンとジャーマーによる電子回折の実験で波としての一面を持つことが判明した。当時の光学顕微鏡では、その理論的な限界を克服するために、含浸型のレンズや透明な物体を見るための位相差顕微鏡などが発明されていた。このような状況下で理論的に可視光よりもはるかに短い波長を持つ電子を使った顕微鏡の発明は時代に合ったことであった。

現在、電子顕微鏡は光学顕微鏡と相似形である透過型電子顕微鏡と線源をプローブとしてテレビのブラウン管のように走査をして像を形成する走査型電子顕微鏡に分類できる。今回の調査では、透過型電子顕微鏡に絞って系統化の調査を行う。

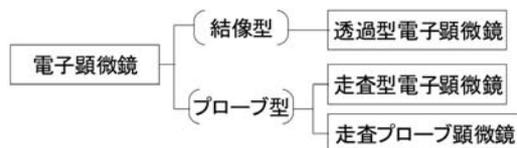


図1.1 電子顕微鏡の種類

これらの電子顕微鏡は透過型電子顕微鏡が1933年にドイツで、走査型電子顕微鏡が1955年にイギリスで、走査プローブ顕微鏡が1981年にスイスで開発されており、いずれも最初の発明は我が国ではない。しかし、当初は最先端の科学研究用の機器であった電子顕微鏡を量産化し、産業界で活用できる分析機器として確立することでは我が国は大いなる貢献をしている。現在、全世界での透過型電子顕微鏡の1年の生産台数は約500台で、日本製は平均60%~70%の市場占有率をもっている。依然としてナノテク等の最先端の研究から、我が国が強みとする製造業の材料開発、品質管理、そして生物や医学の研究の場でも利用されている。市場規模は小さいが、我が国のみならず現代の産業に不可欠の機器である。この電子顕微鏡について、第2章では、開発初期に既に現在に繋がるような、装置の開発、利用技術の開発、新しいアイデアがあったことを説明し、第3章では日本での電子顕微鏡開発の黎明期について述べる。第4章で性能の向上と量産化に向けた技術の推移と進展を述べて、主要関連技術についてまとめた。第5章では1980年代以降、特別な目的で製作された一連の電子顕微鏡について成果を含めてまとめた。第6章で第5章までの内容を踏まえ、電子顕微鏡技術発展の系統化調査のまとめと考察を行った。

## 2 | 現代科学の確立と透過型電子顕微鏡の発明

### 2.1 光学顕微鏡から電子顕微鏡へ

我々が肉眼で見える大きさには限りがある。そして我々の身の回りには肉眼で見るのが困難な動物や植物が多数存在している。レンズを用いて我々が見ているものを拡大して観察することがいつから始まったのかに関する定説はないが、最初に用いられたのはローマで、記録に残っている限りでは倍率は5倍である。現在のタイプの顕微鏡の発明は、1590年頃、オランダのヤンセン親子が2つの凸レンズを組み合わせて、物が大きく見えること発見したことから始まったと言われている。1662年に英国王立協会が創設され、ロバートフックが初代の装置管理者に任ぜられてから顕微鏡による観察が継続的に行われるようになり、1665年に出版された「ミクログラフィア」に細胞の構造がはじめて図に描かれた。そのときの顕微鏡の倍率は最高でも150倍ほどだったといわれている。フックがイギリスの王立協会に紹介したオランダのレーウエンフックは、自ら磨いたレンズ一枚の顕微鏡で200倍以上の倍率を実現したが、使用した顕微鏡はプレパラートにレンズがついたようなものだといわれている。レーウエンフックが単レンズを使用したのは、レンズそのものとレンズの材料であるガラスについての特性等が研究されておらず、レンズは一枚だけでも歪んで見えたので、レンズを二枚合わせると像がよく見えなくなってしまったからと言われている。レーウエンフックはこの顕微鏡で人の赤血球、精子、単細胞を発見した。このレーウエンフックの業績から200年が過ぎた1828年に300倍が限度の単レンズ顕微鏡をつかってブラウンが現在「ブラウン運動」と呼ばれているランダムな熱運動を発見する。そして1932年には細胞の核が発見された。

レンズを複数くみあわせた現在のよう顕微鏡が、発展するのは19世紀になってからである。単レンズの顕微鏡では細胞は見えても細胞の中の構造は見えない。この細胞の中の構造を見るためにより高倍率の顕微鏡への要望が高まり、ドイツのカール・ツァイスは、物理学者のアッペやガラス職人のショットと協力して6~700倍の倍率を持つ顕微鏡を開発した。そして19世紀末には光学顕微鏡はほぼ限界まで性能が向上した。分解能の向上により約1000倍の像が得られる顕微鏡の実現は19世紀後半から医学や生物学の基礎となる細胞学の進歩に大きく貢献した。しかし、細胞のような生物が

観察対象であるために単に試料の調製に道具とノウハウが必要であるという事情は現在まで続いている。

生物試料の中で動物組織は当初、十分な薄片になるまで新鮮な材料を割くか押し潰すかしてから、これを直接顕微鏡で調べていた。これに対して植物組織は細胞壁の性質から手作業で切片を作成することが出来た。その後、19世紀になって、クロム酸及びその塩を動物組織の保存液として用いるようになった。この液に長時間浸すことにより切片が調整できるだけの硬さを得ることができた。この試薬の導入により中枢神経の顕微鏡観察が系統的に行われるようになる。染料法は1850年代に複数の学者によって独立に用いられ、ヘマトキシレンやアニリン染料が使用された。染色法に関しては最初は全体を染め出すだけであったが1870年代は、種類の細胞や組織成分を染め分けられるようになり、近代細胞学が始まる。ちょうど、それと呼応してパラフィンワックス、白蠟と油の混合物、ゴム等中に切片を埋め込み、これを切ることによって切片を作成する切片作製法が開発された<sup>①</sup>。

1880年代には油浸対物レンズが使用され始めて、光学顕微鏡はその理論的な限界に到達する。光学顕微鏡が次の進展をみるのはレーザーが発明されレーザー顕微鏡が開発される1970年代になる。

さて、1897年に英国でJ. J. トムソンの電子の発見があり、くしくも同じ年にドイツでブラウン管 (CRT: Cathode Ray Tube) が発明された。1905年にはアインシュタインの光子説が発表された。1924年にド・ブローイ (de Broglie) により物質波の理論が提唱され、1927年G.P. トムソン、リートによる電子線回折の実験が報告された。この実験は電子が波であることの実証であり、電子の波長は可視光の波長よりはるかに短いから、光学顕微鏡に替わって電子顕微鏡が出来れば高倍率の像が得られることになる。しかし当時の物理学者が当初から着目したわけではなかった。電子の収束作用をもつレンズの実現について、中心となったのは高圧のオッシロスコープの開発に携わった電気技師であった。

### 2.2 陰極線管の研究とルスカの透過型電子顕微鏡

1897年のJ.J.トムソン (J.J.Thomson) の電子の発見は陰極線管(放電管)に電場や磁場を印加して陰極線(電子線)の方向を曲げることにより、その性質を調べ

る実験が基になっているが、電子が粒子であることが発見された以降も陰極線の性質の研究は続けられていた。1899年にビーヒェルト（Wiechert）が陰極線管を長いコイル内部の様な磁場の中に置くと、陰極の一点からさまざまな方向に放射された電子がすべて近軸領域に閉じ込められることやコイルの電流の調整により蛍光板に焦点を結ばせることが可能であることを見出した。しかし、この収束装置の収束作用はレンズ作用ではなかった。ここで使用された磁場は一様な磁場で、レンズ作用を持つためには光軸からの距離と共に磁場が変化し、そのことによって磁場の屈折力が異なることが必要である。これは光軸に対して異なる角度をもって動く電子がレンズの面を通過して同一の点に向かうためにはレンズ面での磁場の強さは光軸からの距離により異なることが必要だからである。

磁界型レンズの原型となる装置はガポールによりはじめて作られた。ガポールは1900年にハンガリーで生まれベルリン工科大学に進学して高電圧研究所の一員となり、ドイツに新設されたばかりの高電圧高架線敷設網を混乱させていた「高速の電気サージ」を観測できる装置の開発を担当していた。

ガポールは磁場中での電子線のふるまいに関するこれまでのノウハウが理論的に説明できないことを指摘し、長いコイルで構成されていた磁場の発生装置を短いコイルに取替えコイルの周りを鉄で囲むことによって電子線の偏向装置に乱れを与えていた外部の浮遊磁場を遮蔽するというアイデアを考え出した。具合のよいことに、コイルは陰極と電子光学系を操作する部分との間に置くことができた。しかし、この装置は理論的な裏づけに基づいて設計したものではなかった。ガラス管に合う内径40ミリのコイルを取り付けただけであり、コイルの外側を円柱状の鉄で覆い、両端に鉄の平板を取り付けたが、光軸近傍には鉄をおかなかった。性能のよい電子レンズを作る為には電磁石の励磁コイルで発生する磁場を狭い空間に押し込めて強磁場を発生することが必要である。このような目的のためにヨークとポールピースを使用する。ポールピースは軟磁性材料の磁極で各レンズのポールピースの上極と下極間に回転対称の強い磁場を発生させて電子線を集束させる。ヨークは励磁コイルを鉄などの強磁性体で包み、コイルで作られる磁束を有効に磁極片へ導く役目を果たす。ポールピースを変えることにより多様な用途に対応が出来る。

現在の磁界型のレンズの原型となるのは、このガポールの考案した電子レンズの中にポールピースを入れた構造を持ち、フォン・ポリエス（B.von Borreis）と

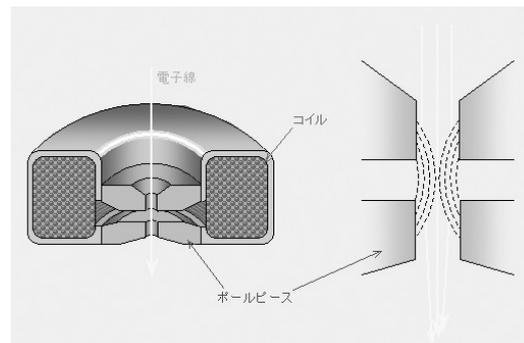


図2.1 磁場型レンズの構造

ルスカ（E.Ruska）により1932年に特許化された。

しかし、この収束作用をもつレンズが光学的にどのような特性を持つかについての研究はハンス・ブッシュにより行われた。ハンス・ブッシュは1908年コイルを備えた陰極線管の中で電子の収束実験を開始した。中断はあったもののこの問題に取り組み1926年と1927年に、軸対象電磁場中の電子の運動が幾何光学のアナロジーを使って説明できることを論文として発表した。実験による実証が出来なかったが、このブッシュの理論は電子光学機器の実用化に重要な役割を担うことになる。このようにして、ルスカが電子顕微鏡を制作する下地ができたことになる。

ルスカが現在のプロトタイプとなる2段の磁界型レンズ系をもつ電子顕微鏡を開発できたのは、ベルリン工科大学でマティウスがブッシュの論文とガポールの実験の食い違いを解明する必要性を感じ彼の研究室に若くて優秀なクノールをリーダーとする新しい研究チームを作ったことによる。このチームの中でルスカは電子光学の解明に取りくんだ。ルスカはブッシュやガポールが使用した気体放電管では安定した電子源にはなりえないことに気づき、放電管の陽極に小さな絞り穴を開けることによって、像の位置や大きさを正確に測定できるようにした。像観察用の蛍光板には帯電効果を防ぐため金の膜で覆ったウランガラス板を用い、外部から像を写真撮影することによって高い分解能で像を観察できるようにした。さらに理論の検証が出来るように物体と像位置や、コイル(レンズ)の位置を真空シールを滑らせることで高精度に調整できるようにした。この実験装置を使用して、ブッシュの磁界型レンズ理論が測定誤差の範囲（5%）内で実験的に証明された<sup>(2)</sup>。このことは幾何光学の理論が、電子線のレンズ作用を説明するために使えるということである。つまり電子顕微鏡の基本的な設計に幾何光学の理論が使えることを意味し、後に電子光学として理論的に体系化された<sup>(3)</sup>。

ルスカはまず、単一の磁界型レンズを使って、絞穴の8倍の拡大像を得る。そして1931年に初めて2段型の電子顕微鏡を制作した。しかし、クノールのチームは1932年に解散してしまい、ルスカは一人ベルリンに残って光学顕微鏡の分解能を越える75KV透過電子顕微鏡を設計製作した。この電子顕微鏡は最初に製作したのと同じ2段型の透過電子顕微鏡で、1万倍の最高倍率（10nmの分解能に相当する）を持っていた。ルスカは1933年の末に1万2千倍の倍率を得、カーボン・ファイバーを試料に用いて50nmの分解能を得た。

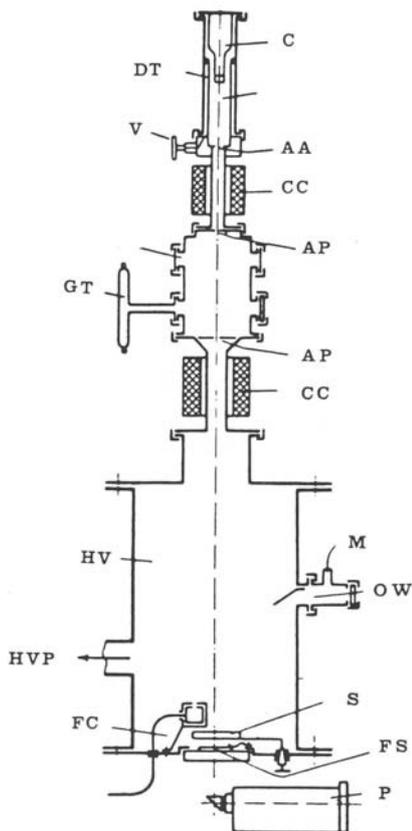


図2.2 ルスカの開発した電子顕微鏡の模式図

一方で静電型電子顕微鏡は1930年、ベルリンにあったAEG (Allgemeine Elektrizitäts-Gesellschaft) 社の研究所で研究がスタートしている。静電レンズは電子レンズに電流を流す必要がない上、加速電圧が変動しても焦点距離が変動しないレンズが出来るため、当時は磁界型レンズより優れていると信じられていた。しかし、操作上の難しさが伴うため磁界型のレンズにその場を奪われた。しかしながら、この静電型電子顕微鏡の研究過程で得られた成果は後に、電子光学や球面収差補正などに対する基本的な理解をもたらすことになったと評価されている<sup>(4)</sup>。

ルスカの電子顕微鏡は現在の電子顕微鏡の形式に似ていたが、電子顕微鏡の像の質を良くするには試行錯誤が必要であった。光学顕微鏡で使われるアッベ

(Abbe)の結像理論が電子顕微鏡に適用できることを示したのはベルシュ (Boersch) で、1936年に実験により確認された。このことにより、現在使われている暗視野像や制限視野回折が可能なることも示された。アッベの結像理論が適用できることがわかったため、ベルシュは透過型電子顕微鏡の動作原理を電子（波動）光学で説明することが出来た。このことにより、分解能がよく（つまり拡大率の大きい）電子顕微鏡像を得るためにはレンズの収差を小さくすればよいことがわかり、収差の小さいレンズの設計の可能性が開けた。丁度、同じ1936年にシュルツアは軸対称磁界型電子レンズでは、マイナスの球面収差をもつ凹レンズを作ることが出来ないことを証明する論文を著した。このことにより、透過型電子顕微鏡の分解能は電子の大きさによりきまるのではなく電子光学(波動)理論から球面収差と電子の波長で決まることが明らかになった。

このことによって、電子顕微鏡の基本性能を決める因子は、光学顕微鏡の基本性能を決める因子と同様であり、装置の基本構成も光学顕微鏡と相似形でいいこととなった。つまり、電子顕微鏡の基本性能である分解能は電子線を波と考えることにより、単色性と指向性で評価することが出来ることになる。電子線の線源の性質により、理論的な分解能の限界が決まり、電子光学系の特性によって実際の分解能が決まることになる。このため電子顕微鏡の基本的な設計は理論的な予測に基づいて出来ることになった。

拡大像を見るための基本構成はこの時点で確立し、以後は性能の向上と機能の拡張が各社により図られることになる。第2-1表に基本要素の説明を、第2-3図に電子顕微鏡の基本構成を示した。

表2.1 電子顕微鏡の基本要素

基本要素	機能	ルスカの顕微鏡の新機軸
電子銃	電子線の発生	現在の電子銃のプロトタイプ
コンデンサーレンズ	発生した電子線を試料面上に集束する	現在の磁場レンズのプロトタイプ
試料	試料ステージに装着する	
対物レンズ	試料の像を形成する	2段レンズ
対物絞り	像の性質を劣化させる電子線をカットする	
投影レンズ	像を拡大し投影面に結像する	
投影面	蛍光版あるいは記録媒体をおく	蛍光版とカメラを使用

電子顕微鏡は図2.3で示す配置で各機能要素が配置される。電子銃は高圧の負の電圧が印加されており、電子線が放射される。電子線は印加された電圧に対応した速度で放射され、この印加電圧が電子線の波長に

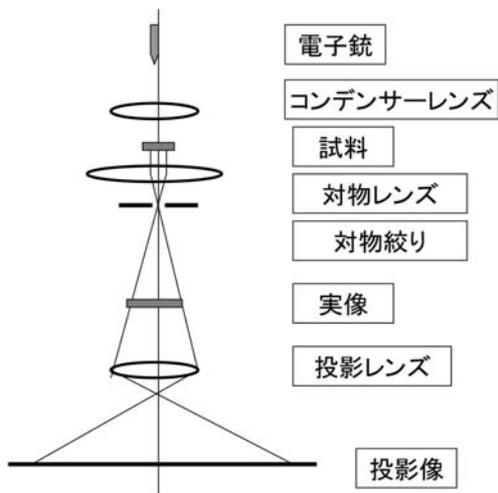


図2.3 電子顕微鏡の基本構成図

換算できる。印加電圧が高い方が波長が短くなる。この放射される電子の方向は拡がりを持っているので拡散する。像を得るために必要な数の電子を試料に照射するために、電子銃から放射された電子を集めるのがコンデンサーレンズである。電子銃から放射される点の像を試料上に形成するのが、一番効率よく電子を集める（集束する）ことが出来る。コンデンサーレンズで集束された電子線が試料に照射され、透過された電子は対物レンズにより拡大像を得る。対物レンズは像を大きく拡大するために試料のすぐ近くに配置される。像の分解能は球面収差により制限されるので、対物絞りにより電子線の開き角を制限していい像が得られるようにする。対物レンズで出来た実像を観察可能にするために投影レンズで更に拡大する。この投影像をフィルムに記録する。

## 2.3 透過型電子顕微鏡の生物試料への応用の試みと最初の商用電子顕微鏡

電子顕微鏡で得られる像は光学顕微鏡と同様に観察対象となる物質の性質を反映したものであるが、像そのものは白黒写真と同様に濃淡の模様であり、この模様に何らかの意味を与えるのは、科学研究者である。ルスカの開発した電子顕微鏡は1932年には光学顕微鏡の分解能をはるかに上回る値（カーボンファイバーの試料で50nm）を得たが、この電子顕微鏡をみた専門家たちは性能のよさは認めたものの、実際の試料では光学顕微鏡よりも微細な構造は見えないだろうと予想した。これは、当時の事情による。当時の生物学は解剖学が中心であり、光学顕微鏡の主要な観察の対象が生体の組織や細胞であったため、より高倍率の顕微鏡のニーズが高く、電子顕微鏡の使用目的は生物試料の観察にあった。19世紀後半の光学顕微鏡の性能向上に

より病気の原因が病原菌であることが実証されて多数の病気が克服された。しかし、1918年のスペイン風邪と呼ばれるインフルエンザは5億人以上の感染者と2000万人以上の犠牲者を出したが、効果的な薬もなかった。インフルエンザの原因がウイルスであることはまだ、わかっていなかった。ウイルスの大きさは20nm程度であるため、光学顕微鏡で見える大きさではない。ウイルスの存在がタバコモザイク病で確認されたのは1900年であり、単細胞の病原菌よりはるかに小さいウイルスを見出すためにも電子顕微鏡が必要であった。

表2.2 細菌とウイルスの大きさ

肉眼で見える限界	0.2mm	
細菌	1~5 $\mu$ m	( $\mu$ m : mmの1000分の1)
大腸菌	2 $\mu$ m	
光学顕微鏡で見える限界	200nm	(nm : $\mu$ mの1000分の1)
黄熱ウイルス	40~50nm	
ノロウイルス	25~35nm	

ハンガリーの物理学者マートン（Marton）はルスカの研究に刺激されて1934年に簡単な横型の電子顕微鏡を作製して、実際の生物試料で実験を行った。しかし、実際に「生」の試料に電子線をあてると焼け焦げてしまうことがわかった。ところが光学顕微鏡で生物を観察する時によく使われるオスニウム染色の技術を利用すると有機物は破壊されても骨組みの部分は保たれ、モウセンゴケの葉の基本的な構造などが観察できることがわかった。この試料作りの経験からマートンは、電子顕微鏡の実用化には、薄膜試料、高い加速電圧、露出時間を短くする真空中での写真撮影にあると確信した。

マートンは、試料室とカメラ室にエアロック機構をもつ縦型の80KV透過電子顕微鏡を開発した。この装置によってたくさんの試料を次々と観察したり真空中で乾板に写真撮影することが可能になった。このことに刺激されて、物理学者の立場では、電子線コントラストの理論の研究、企業家の立場では、エアロック機構のついた試料室や、複数枚の写真乾板を同時に入れられるカメラ室の開発を促した。

ルスカは1937年になって、シーメンス社で、ポトー・フォン・ポリエス等と電子顕微鏡の商用機の開発に着手した。電子顕微鏡の開発のために研究所を設立することはシーメンス社とカールイエーナ社の2社が望んだが、ルスカは100KVの高圧電源の技術があるシーメンスを選択した。ルスカはそれまでの経験からブ

ロトタイプ機を2台作製した<sup>(5)</sup>。1台は装置開発用に、もう1台は応用研究用である。このため装置開発を応用研究と併行して行うことが出来たためお互いにフィードバックしあいながら研究を進めることが出来た。それまで使用していた輝度の低いガス放電管に代わり熱電子銃を搭載した商用の電子顕微鏡は1939年に完成した。

この2台のプロトタイプ機を基にしてシーメンス社製の初の透過型電子顕微鏡が誕生した。倍率は3万倍、保証分解能7nmであった。最初のユーザーはIGファルベン社であった。

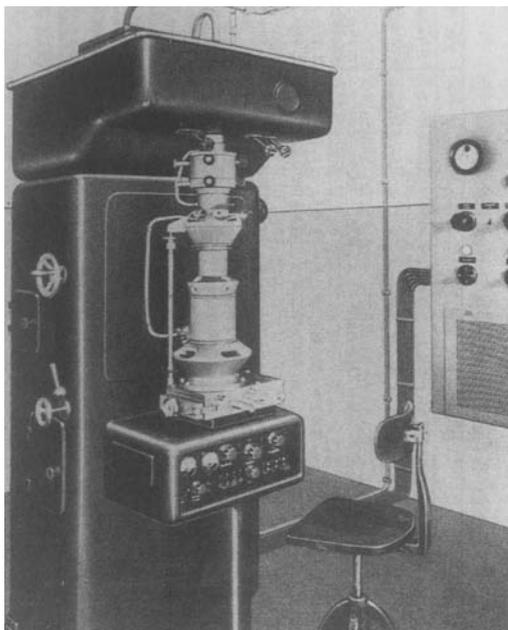


図2.4 シーメンス社の最初の商用電子顕微鏡

## 2.4 ガボールの電子線ホログラフィー

生物試料は光学顕微鏡の観察においてもコントラストがつきにくかったことから干渉顕微鏡が開発された。事情は電子顕微鏡においても同じであったため、ガボアーにより電子の持つ過干渉性を利用したホログラフィーの提案がされた。しかし、ガボアーの方式では参照波と物質波を同じ光軸上に置いたためいい結果が得られなかった。外村等により、電子線バイプリズムを使用した電子線ホログラフィーの像が得られるまでには30年余の時間が必要であった。

## 2.5 電子顕微鏡の原理と可能性

1940年の時点で電子顕微鏡の基本の動作原理は光学の理論を使用することが出来ることが理論的、実験的にも示された。このことにより電子顕微鏡でどこまで小さな

ものが見えるかの可能性も予想出来るようになった。

### 2-5-1 ひとつの原子の観察が出来る分解能の電子顕微鏡

顕微鏡は像を拡大する機械であるので、基本性能は像の倍率(拡大率)である。倍率で表示した場合光学顕微鏡の最大倍率は数100倍が限度であり、電子顕微鏡の最大倍率が100万倍程度であるのは、顕微鏡の性能が像の中に見える2つの線が分離して観察可能であることを表す「分解能」により制限されるからである。そしてこの分解能の限界は波長により決まる。光学顕微鏡では波長の長い赤よりも波長の短い青の方が分解能が良い。同様に電子顕微鏡では分解能は電子の波長で決まるがその波長は電子が持つ速度で決まり、電子の速度は加速電圧で決まる。現在、使用されている電子顕微鏡は加速電圧が100KVから300KVであるが、この加速電圧での電子線の波長は0.0038nmであり、300KVでは0.00197nmである。倍率をあげるためには分解能を良くする必要があり加速電圧の高い電子顕微鏡が求められる。一方で原子の大きさは0.1nm程度なので、理論的には100KVの加速電圧で原子1個が見えることになる。この可能性が透過型電子顕微鏡開発のシーズとなった。既に現在の電子顕微鏡の最高の分解能は0.05nm程度である。

一方で、電子線が物質を透過する能力(透過能)は試料となる物質の密度に依存するが、100KVで約0.1 $\mu$ mである。これよりも厚くなると電子がエネルギーを失ったり、進行する方向が変わったりして、透過型電子顕微鏡のいい像が取れないことになる。つまり、試料は0.1 $\mu$ mよりも薄い必要があるということである。この、0.1 $\mu$ m程度の試料を作成するための観察技術(試料前処理技術ともいう)も電子顕微鏡像を得るための不可欠で重要な技術となっている。

### 2-5-2 電子線と物質との相互作用により得られる信号の利用

光学顕微鏡と電子顕微鏡の違いは電子線が試料に与える影響である。電子線を試料である物質に照射するとそのまま透過してくる電子線の他にわずかではあるが様々な電子や電磁波が発生する。これを纏めると表2.3となる。図2.5に説明図を示した。試料中の原子により影響を受ける電子(非弾性散乱電子)は確率的に発生するので試料の厚みが増して電子が試料中を通過する距離が長くなるほど増加するが大きくなる。このため試料の厚み0.1 $\mu$ mで、非弾性散乱電子は透過する電子の強度に対して10分の1以下の量である。この10分の1以下の信号の利用は1970年代以降、実用化される。

表2.3 電子線が試料にあたった時に発生する信号

透過電子	入射し、そのまま通過する電子	透過型電子顕微鏡の像となる信号
弾性散乱電子	入射電子がエネルギーを失わずに進行する向きを変えた電子	ある条件で向きを変えた電子が電子回折像となる。
非弾性散乱電子	試料中の原子を励起したり、イオン化して一部のエネルギーを失った入射電子の総称、(オージェ電子はこの中に含まれる)	エネルギー損失分光で利用する。ピーク的位置から試料中の含有元素の種類がわかる。
2次電子	試料中で入射電子により発生した電子	走査型電子顕微鏡の像となる信号
反射電子	試料の表面で反射した入射電子	試料表面の凸凹等の情報をもつ。
オージェ電子	入射した電子が試料中の原子を励起しその結果原子がイオン化されて出てくる電子	エネルギーの大きさ(値)から元素の種類がわかる
特性X線	入射した電子が試料中の原子を励起しその結果発生する電磁波の中でX線領域にあるもの	スペクトルから元素の種類がわかる
蛍光(カソードルミネッセンス)	入射した電子が試料中の原子を励起しその結果発生する電磁波の中でX線領域にあるもの	スペクトルから元素の種類がわかる

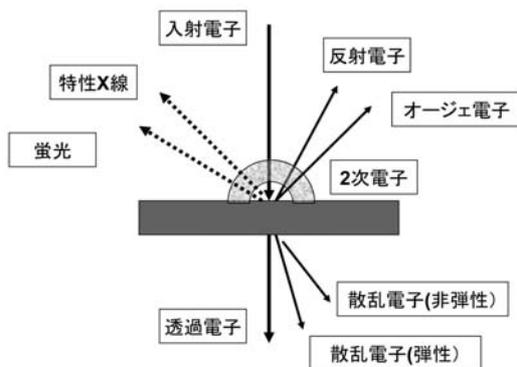


図2.5 電子線照射による発生信号

## 2.6 電子顕微鏡の設計理論と実現方法

図2.5に個々の電子レンズの設計までの手順を示した。設計の第一ステップは装置のコンセプトに基づいて全体の構成を決めることである。電子線を試料に照射して得られる信号は表2.3に示したように複数あり、これらの信号も情報として得ようとする電子光学系のレンズ構成に工夫をすることが必要になる。例えばコンデンサーレンズは1個でいいのか、2個にするのかというような検討である。全体の基本構成が決まると第2ステップである。第2ステップは目標とする基本性能を得られるように配置を決めることである。電子源から放射された電子が印加された電圧により加速されコンデンサーレンズ、対物レンズ、投影レンズで構成される電子光学系の中を動いて記録面まで到達する行路を想定して設計を行う。これらの配置の設計は電子光学理論から導くことが出来る。第2ステップで決めた配置から各々のレンズが必要とする性能が導かれるので、第3ステップで実際の電子レンズの設計となる。この段階では現状の技術での実現可能性を探り実現可能なレンズの諸条件を決める。実現が困難であれば第2ステップに戻り再検討する。第4ステップは第3ステップで決められた仕様に基づいて各レンズの設計をする。

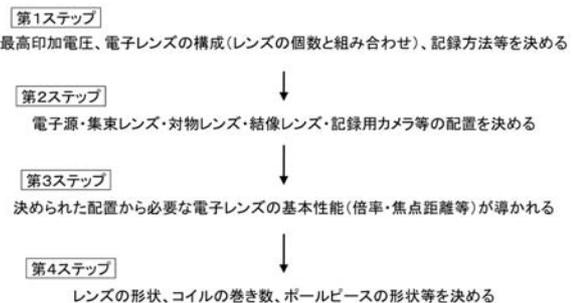


図2.6 電子レンズ設計までの手順

電子顕微鏡の設計で扱う基本的な要素の中で技術的に実現が困難であった主な項目を光学顕微鏡と対応させて表2.4に示した。

表2.4 光学顕微鏡と電子顕微鏡の基本要素技術の比較

項目	光学顕微鏡	電子顕微鏡
分解能の限界	波長	加速電圧
高輝度線源	ランプからレーザーへ	熱電子銃から電界放出電子銃
無収差光学系	凸レンズと凹レンズの組み合わせ	軸非対称レンズによる凹レンズ
レンズの性能	ガラスの均一性	ポールピースの均一性
光学軸	機械加工組み立て精度	機械精度とともに電磁的な精度

### 2-6-1 分解能の限界を決める要素

光学顕微鏡では分解能を決めるのは光の波長である。光の波長を短くしていくと光を通す物質が存在しなくなる。光学顕微鏡の限界はレンズの材料で決められている。これに対して電子顕微鏡の波長は加速電圧である。電圧を昇圧すれば電子線の波長は短くなるので、技術的な問題として解決が可能である。

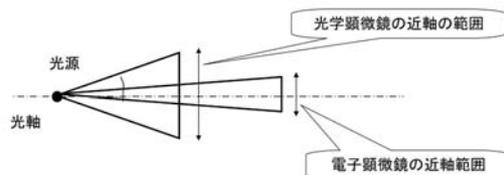


図2.8 近軸範囲の概念図

件を満たすように「対物絞り」を入れる。この「対物絞り」の穴径を理論的に得られる開き角の範囲内の電子しか通過できないように決める。(図2.6参照)

しかし、理論から導かれた光学系を形成するレンズとその配置を正確に実現することには技術的な困難があった。実際に製作したレンズは軸対称にはならず、また計算をする際に仮定した光学軸上に複数のレンズを正確に配置することも機械的な精度だけでは困難である。この結果、実際の装置では電子は焦点に厳密には収束しないことになった。

### 2-6-2 高輝度線源

なるべく小さな領域から方向の揃った電子が発生する電子線源を得ることも技術的な課題である。最初の電子顕微鏡の開発で電子線源はガスの放電管ではなくて抵抗加熱により熱したタングステンの線の尖らせた先端から電子を発生させる熱電子銃が用いられた。図2.6に熱電子銃の構造を示した。

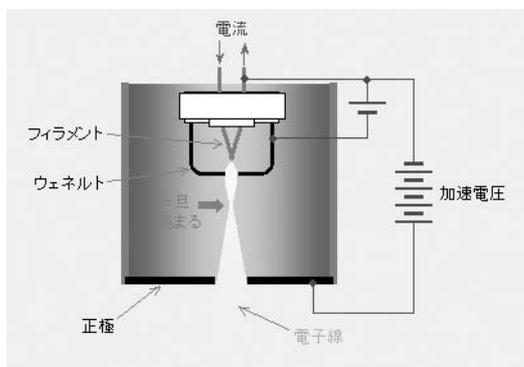


図2.7 熱電子銃の構造

電子顕微鏡の光源は点光源であり、光源から放射される電子の方向が一定の方向であることが要求される。このため、電子が発生するフィラメント（マイナスの電極）とプラスの電極の間に穴の開いた第3の電極（これをウェネルトという）を入れる。このウェネルトに適当な電位を持たせて、電子銃から放射された電子が一定の方向を向くようする。

### 2-6-3 光学系

収差がない像とは、光源の形状と強度分布が像として再現できることである。しかし、このような条件は光源から出る光が光軸に対してある開き角を持つ範囲のなかである。このことを近軸近似が成り立つといい、この範囲であれば無収差光学系が実現できる。

この無収差光学系が実現できる開き角は波長により決まり、波長が短くなればなるほど開き角は小さくなる。電子顕微鏡が光学顕微鏡よりもはるかに短い波長であるということはこの開き角が狭いことである。設計理論から得られる分解能はこの近軸内を通過する電子にあてはまる。このため、無収差光学系が出来る条

### 2-6-4 レンズの性能と収差

電子顕微鏡で使用する磁場型レンズは、出来るだけ強い磁場を得るために必要な構造となっている。近軸範囲は仮想的な光学軸に対して $1\mu$ よりも小さい円内である。磁場型レンズでは磁場をこの程度の狭い範囲に集中させる必要がある。このため、まず磁力を発生するコイルを鉄で囲んで外部の磁場の影響を取り除き、コイルの内部にポールピースと呼ばれる磁極片を入れた構造となっている。

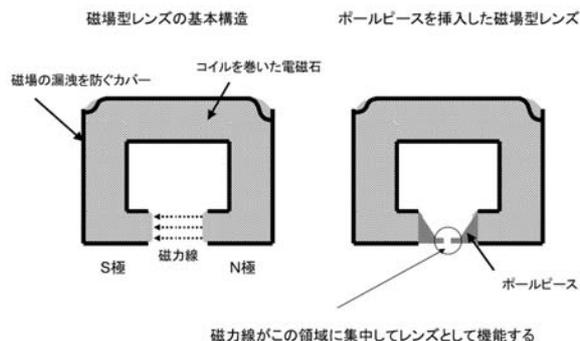


図2.9 磁場型レンズの構造

この基本的な構造はルスカが最初の電子顕微鏡を開発したときに考案された。しかし、この磁場型レンズの軸対象性は決してよくなかった。これはコイルの巻き方、磁極片の加工精度と材料の品質、更に、磁場レンズとして取り付けるときの精度等に限界があったためである。

電子顕微鏡が開発された当初から、装置の最高分解能は理論で予測されるものよりも悪いのは電子レンズの収

差にあるといわれるのは、一度レンズを製作すると調整により収差をとることが出来なかったからである。

収差はレンズの焦点に像がうまく結ばない現象であるがこの原因は主に3通りある。第1は球面収差である。これは光学レンズが球面形状のため、中心から離れた点を通る光が焦点位置の像を結ばず、焦点位置で像が点にならずに円になるものである。電子線でも同様にレンズの中心から離れた位置に入射する電子は焦点面を通らない。色収差は波長が違くと焦点距離も異なるために起こるもので、電子顕微鏡では電子線の波長の拡がりや揺らぎから色収差が発生する。印加電圧が電子の波長に相当するので、高压電源の安定度を1万分の一以下に押さえることが必要になる。最後は非点収差で。この収差はレンズが軸対称になっていないことから起こる。この中で、電子顕微鏡では特に球面収差が問題であり、この球面収差を極力、小さくすることが分解能を上げるためには重要である。球面収差係数は焦点距離を短くすることにより小さくなるが<sup>(6)</sup>、焦点距離を小さくすることはレンズを試料に近づけることである。試料にレンズのポールピースを近づけられるかは製造上の課題であり、また試料を観察するための操作性にも影響する。このためレンズ設計は電子顕微鏡の重要な課題の1つである。

## 参考文献

- (1) A.. Huges (西村顕治訳) 細胞学の歴史 p28 (1959) 日本語訳は1999年
- (2) T.Mulvey (外村 彰訳) 電子線装置：20世紀の物理学の第20章 p307 (1996) (日本語訳は2000)
- (3) 例えば裏 克己：ナノ電子光学：
- (4) T.Mulvey (外村 彰訳) 電子線装置：20世紀の物理学の第20章 p314 (1996) (日本語訳は2000)
- (5) T.Mulvey (外村 彰訳) 電子線装置：20世紀の物理学の第20章 p312 (1996) (日本語訳は2000)
- (6) 上田良二 電子顕微鏡 p23 (1982) 共立出版

# 3 | 透過型電子顕微鏡の開発の黎明期

表3.1 電子顕微鏡の開発の初期の歴史

1937-1939	光学顕微鏡よりも倍率の高い最初の透過型電子顕微鏡が B.Von Borries と E.Ruska によりドイツのシーメンス社で製作される。
1939:	M.Von Ardenne が最初の走査型電子顕微鏡を製作
1939	日本学術振興会で第 37 委員会が発足、産学官連携の電子顕微鏡開発が本格化
1948	O.Scherzer により透過型電子顕微鏡の理論分解能と像のコントラストについての研究がされ、分解能の限界は 0.2nm で、理論的にカーボンの原子が見えるとの結論が示された。

日本の電子顕微鏡の開発はルスカがドイツのシーメンス社で最初の商用機といえる電子顕微鏡が完成した1937年に遅れること2年、1939年には早くも京都帝国大学と大阪帝国大学で国産の電子顕微鏡の試作に成功している。この年に日本学術振興会第10常置委員会のもとに第37小委員会が設置されて、その後は産学官各界から参加した委員により電子顕微鏡の研究・開発が進められた。1941年に太平洋戦争が勃発したが、研究は継続された。複数のメーカーによる商用機の開発は終戦後の1947年頃となる。戦時下といえども、このような委員会が存在し、その間にも電子顕微鏡の研究開発が進められていたことは電子顕微鏡の重要性が当時認識されていたからである。この第37委員会は1947年に解散し、その役割は文部省電子顕微鏡総合研究委員会に引き継がれた。その後、この委員会は1952年に高性能電子顕微鏡総合研究委員会と超薄切片総合研究委員会に改組され、翌1953年に電子顕微鏡学会（1949年に設立）に引き継がれて現在に至っている。

## 3.1 我が国の電子顕微鏡開発（産学官の連携）

我が国が国策として電子顕微鏡の開発を始めたのは1939年5月に日本学術振興会の基に「電子顕微鏡の総合研究に関する第37小委員会」が新設された時からである<sup>①</sup>。設置の趣旨は次のように述べる。

『電子幾何光学の最近の進歩により、従来の光学顕微鏡をはるかにしのぐ倍率を持つ電子顕微鏡の実現が確実視されること、このような超高倍率の顕微鏡は細菌学コロイド化学等においては勿論のこと、自然科学のその他の部門において研究の新たな領域を展開することが可能となり、科学の進歩に寄与することが大きいと期待できるが、このような高倍率の電子顕微鏡の設計製作にあたっては種々の技術的困難を克服するとともに性能の向上と応用の方面を開拓し拡大することが肝要である。我が国においても既に研究に着手して

いる研究者もいるが、本研究の重要性に鑑みこの際広く専門研究者を集めて研究事項を分担し、その研究成果を総合し、可及的速やかにその研究を完成して各方面の自然科学の進歩に寄与することを目指す』。

このために、まず、電子顕微鏡の設計に関する基礎的研究を第1段階として遂行し、その後これを利用する方面における専門家の協力を得て総合的研究を行って、本研究の目的達成をはかる方針が示されている。そして、この目的のための最初の研究テーマ（事項）として

1. 高電圧陰極線放射管の設計に関する研究
2. 陰極電圧の安定法に関する研究
3. 電子レンズの設計に関する研究
4. 試料と試料支持膜に関する研究
5. 特殊用途（冶金学研究用、真空管用熱陰極研究用等）の電子顕微鏡の研究

が挙げられ、期間は第1期が3年で研究費は8万円が予定されている。この小委員会の委員は10名が任命された。メンバーを第3.2表に示す。

表3.2 発足当時の学術審議会第37委員会

東京電気株式会社技師	浅尾 莊一郎
京都帝国大学教授	加藤 信義(工博)
電気試験所技師	笠井 完
理化学研究所研究員	清水 武雄(理博)
大阪大学助教授	菅田 栄治
電気試験所技師	鈴木 重夫
東京帝国大学教授	◎ 瀬藤 象二
横河電機製作所技師	多田 潔
東京帝国大学助教授	谷 安正
東京帝国大学教授	山下 英男

◎は委員長

後にこの委員会は委員長の瀬藤教授の名前を付けて「瀬藤委員会」と呼ばれるようになるが、この10名の中で、浅尾の専門は光電子管を含む電子管であり、笠井、多田はオシロスコープの、鈴木、山下は強電の専門家であった。また委員長の瀬藤氏も理化学研究所

でアルマイトの研究と実用化で実績を挙げた工学者である。この中で、開発の中心の一人は笠井である。笠井は電気試験所の技師であったが電子顕微鏡を開発するために日立製作所に移り、後の日立製作所の電子顕微鏡の事業の礎となった。

電子顕微鏡の開発は大学と企業の両方で行われた。商品化を目指した企業での開発について次節で述べるが、東京帝国大学と大阪帝国大学で透過型電子顕微鏡の開発が試みられた。東京帝国大学では谷助教授が中心となって1942年に静電レンズ型電子顕微鏡が開発された<sup>(2)</sup>。この装置の製作は陸軍の工場で行われた。大阪帝国大学では菅田助教授が磁場型の電子顕微鏡の開発を行った<sup>(3)</sup>。この開発は学振37委員会が組織された1939年に開始された。



図3.1 東京帝国大学製の電界型電子顕微鏡<sup>(4)</sup>  
加速電圧：50KV、倍率：×15,000倍

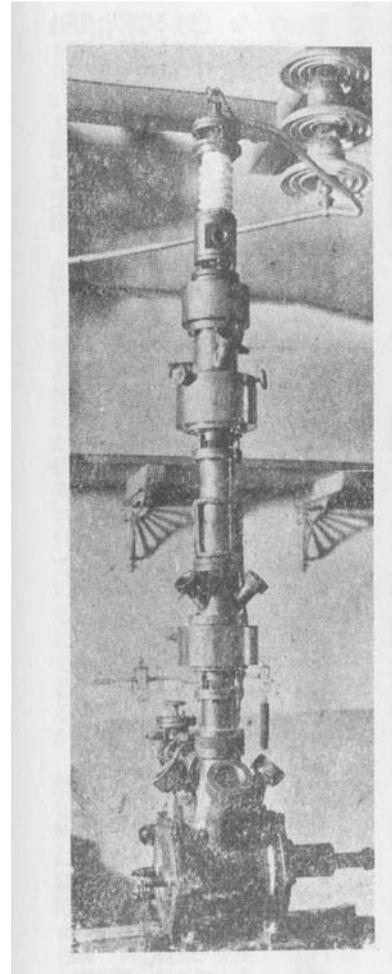


図3.2 大阪帝国大学製の磁場型電子顕微鏡<sup>(5)</sup>

### 3.2 電機メーカーでの商用機の開発と市場導入

電子顕微鏡の試作は戦争中においても続けられた。電子顕微鏡を開発していた企業は日立製作所、東芝、島津製作所である。

日立製作所の試作1号機HU-1は横型の磁場型電子顕微鏡で1941年に日立製作所の研究室で稼動した。但し、横型の電子顕微鏡は機械振動に弱いため、1941年8月に縦型のHU-2型の開発を開始し1942年の6月に2台完成した。このうちの一台は新設された中央研究所に設置され、後の1台は1943年に名古屋大学に納入された<sup>(6)</sup>。(名古屋大学の歴史では1942年に榊教授が日本で始めて電子顕微鏡を設置したと記述してある。)

東芝も1940年に磁場型の試作機を完成し、1941年には静電型の試作機を完成させて写真撮影に成功している。

当時は磁場型に対して静電型の優れている点として

- 1) 焦点距離は電源の電圧変動に影響されない
- 2) 電源、構造などの製作が簡単であるため。安価である。

この2点が挙げられていた。これは磁場型レンズでは電

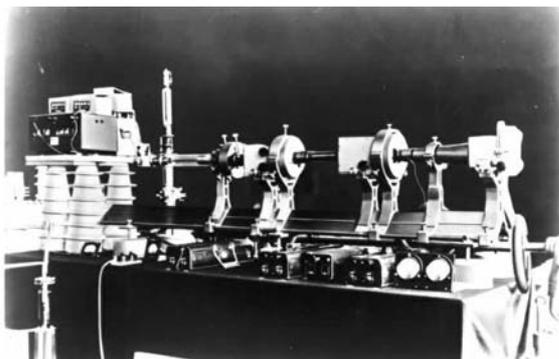


図3.3 日本で最初の試作された電子顕微鏡<sup>(6)</sup>  
日立製作所製HU-1型



図3.4 最初に実用となった電子顕微鏡<sup>(7)</sup>  
日立製作所製HU-2型

子銃に印加する高圧電源と磁場型レンズに供給する電源が別系統であるのに対して、静電レンズ型では同一の電源を使用できるため電圧の変動がキャンセルできたからである。高圧電源の変動はすなわち波長の変動である。焦点距離は波長に依存するため磁場型ではその影響が顕著に現れる。

東芝はこの利点を重要として静電型の電子顕微鏡を開発した。1943年には磁界型1台、静電型6台の試作電子顕微鏡が作られ、EUL-1が商業用として試作されていた。東芝の2号機は京都大学の化学研究室に寄付された。

島津製作所は試作機を1943年に稼働させている。日立が陰極線オシロスコープの技術をベースにしたのに対して、東芝はブラウン管の技術、島津は医療用のレントゲン装置の技術がベースとなった<sup>(8)</sup>。

このように戦時中の継続した開発により戦争が終わった1945年の時点で、電子顕微鏡の商用機を開発するだけの技術の蓄積はかなり出来ていたといえる。しかし、透過型電子顕微鏡を装置として纏めるには様々な

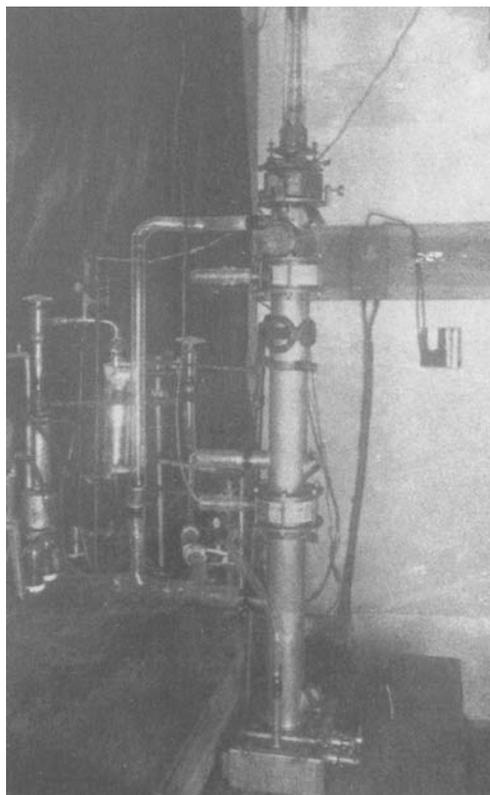


図3.5 東芝製の電界型電子顕微鏡<sup>(8)</sup>

技術を活用する必要があり、当時の電子顕微鏡の開発には数名から10名程度のチームを当てる必要があった。

### 3-2-1 方式の選択で明暗

戦争が終わり、海外の透過型電子顕微鏡の開発の状況の見聞が伝えられるようにはなったものの、しばらくの間は他国の状況に影響されずに国内の企業間での開発競争が繰り返された。1948年当時、日本での電子顕微鏡の需要はないに等しかったが、電子顕微鏡の開発は商品化に向けて日立、島津、東芝、日本電子光学(現日本電子)、電子科学の5社が手がけ、日本電気では研究開発を行っていた。透過型電子顕微鏡の基本理論は確立していたため、開発の努力はその時の時点で最適な方法を選んで装置を開発するところにあった。現実に実用的な電子顕微鏡を開発するために解決すべきことはたくさんあった。例えば産学官が結集した学術審議会の第37委員会の1948年9月の小委員会での発表状況は以下のようである<sup>(10)</sup>。

島津製作所

- (1) 小型横置き式電子顕微鏡の試作を発表
- (2) 高周波60KV、近代電子顕微鏡完成
- (3) 80KV高周波電源の開発
- (4) 超高圧電子顕微鏡の試作準備中
- (5) 小型電界型の試作

東大 谷教授、京大小林助教授との共同設計による。  
日立製作所中央研究所

- (1) 磁界型電子顕微鏡の試作は完了
- (2) 近代型電子顕微鏡の試作
- (3) 小型電子顕微鏡の試作
- (4) 電源関係の試作

東芝マツダ研究所

- (1) 電界型電子顕微鏡の性能向上
- (2) 小型電界型の試作
- (3) 高周波電源A型試作
- (4) 高周波電源B型試作

日本電気中央研究所

- (1) 磁界型電子顕微鏡の試作完了
- (2) 高周波電源は一応完成し、その取りまとめに努力中

この時点で日本電子はこの委員会に参加していなかった。日本電子は唯一の後発メーカーであった。

多数の開発課題の中で事業の発展を左右する選択は主に3点である。第1は装置を横にするか縦にするかということである。この選択は横型では機械振動が大きいために現在の正立型の装置に落ち着いた。但し、電子線源（電子銃）を上置き、電子線を地面向かって照射する現在の方式となるには少し時間が掛かった。2つ目の選択は電子レンズを磁場型とするか電界型とするかの選択であった。ルスカの透過型電子顕微



図3.6 日本電子の前身の電子科学が最初に製造した磁場型電子顕微鏡（DA-1型）<sup>(11)</sup>

鏡の成功が磁場型のレンズであったとしても、磁場型には電界型に比べて技術的な困難があった。日立、島津は磁場型を選択し、東芝は電界型を選択した。日本電子は電界型の試作がうまくいかなかったために、磁場型に変えた。最後の3つ目の選択は高圧電源の方式である。昇圧の方法として低周波方式と高周波方式があった。加速電圧が高くなるにつれて高周波方式が有利となった。尚、高圧電源の詳細については第4章で詳説する。

### 3-2-2 パイオニアたちの苦闘

日本における、商用機の開発が本格化した時点で、透過型電子顕微鏡の基本性能を得るための設計理論は既に確立していたが電子レンズの設計は各社が取り組まねばならない課題であった。

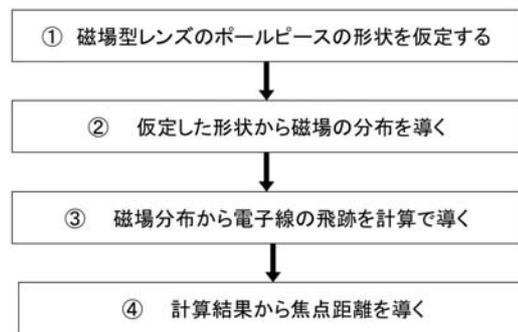


図3.7 磁場型レンズの設計手順

図3.8に磁場型レンズの設計手順を示す。前にも述べたように磁場型レンズでは強い磁場をえるためにポールピースを挿入する。このポールピースの幾何学的な形状でレンズの性能が決まる。これは幾何学的な形状から磁場の分布が決まり、この磁場分布から通過する電子の飛跡（電子軌道）が決まるので、複数の電子軌道を求めて焦点距離を導くことにより、磁場型レンズの性能を予測することになる。しかし、電子顕微鏡のバイブルとされるアルデンヌの教科書には電子レンズの設計法までの記述がなく、日本電子の伊藤によれば、RCAのツボルキンの教科書にレンズの設計法があり参考としたとのことである<sup>(12)</sup>。特にポールピースの形状から磁場型レンズの性能を一義的に決める方法はなく、様々な形状のポールピースに関して実際にポールピースを試作して実験で確かめる必要があった<sup>(13)</sup>。また装置の開発は、装置の機械設計では機械的な振動を軽減する構造と電子線が大気中では利用できないために真空中で電子レンズ等の各要素を配列することなどであり、電気系においては高圧の安定化電源を設計すること等であった。このような状況の中で、1949年にツボルキンが設計したRCAの電子顕微鏡が科学研究費

により2台輸入され、各社がこの装置を検討することで国産の製品開発に刺激を与えた。もっとも、湿気のために電気系がうまく作動せず、まともに動かなかったこともあった<sup>(15)</sup>。戦後、文献のみを通じて外国の進歩を追わざるを得なかった状況に対して、1950年のパリでの国際会議から直接参加が可能となり、付設の展示会で国際水準の装置がどんなものなのかを実際に見ることにより、次の目標が明確になった。

当時、ヨーロッパではドイツのシーメンスに続いて、オランダのフィリップスが独自の製品で参入し、アメリカでは電界型レンズのGEとRCAが商用機を発売していた。

当時の磁場型レンズを使用する電子顕微鏡は最初に商用機を販売したシーメンスがリードしていた。日本のメーカーは電子顕微鏡の基本構成を決める電子光学系でシーメンスに追随せざるを得なかった。図3.9に当初の電子顕微鏡の電子光学系との対比を示した。シーメンスの電子顕微鏡には電子光学系で2つの工夫があった。一つは電子銃から放射された電子を試料面上に照射するコンデンサーレンズを2個にしたことである。これはレンズを2個にすることにより高倍率で明るさを高め、直接倍率を5万倍から10万倍に引き上げられたことである。特にダブルコンデンサーレンズは試料にあたる電子ビーム径（ビームの大きさ）を1 $\mu$ 程度に微小化できたことが利点となり、この方式は以後、電子顕微鏡のレンズの集束系の標準となる。もう一つは電子顕微鏡像を得るための結像系で2段レンズ系に変わり中間レンズを入れて3段レンズ法式にしたことである。このことにより倍率を広範囲に変えることが可能となり、拡大した像の一部を制限して電子回折像を得ることもできるようになった。（電子回折については4章で詳述する）

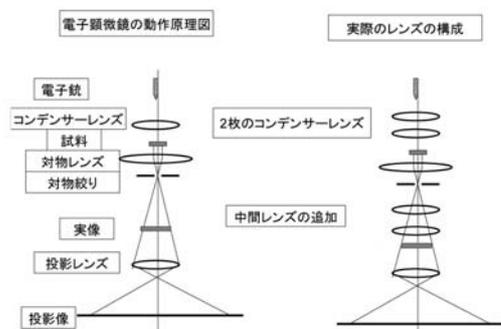


図3.8 電子顕微鏡のレンズ構成

ルスカが最初の顕微鏡を製作したときに2台の顕微鏡を製作し、1台は装置の性能や機能を確認するために使用し、もう1台は電子顕微鏡の像をとるための試料の作成技術を確認するために利用したことは前に述

べたが、電子顕微鏡の当初の目的であった光学顕微鏡で見えない細胞内の微細構造や、ウイルスを観察するという目的と共に、鉄鋼やアルミ等の材料を観察するという目的での使用も増加したが、これに対応するには生物系とは違う電子顕微鏡が必要となった。

電子顕微鏡で生物系の試料を観察するためには、電子線による損傷を防ぐことが重要であるが、このためには、電子が対象となる試料を短時間で通過することが必要である。これは電子線が試料を通過中に試料を加熱し、損傷を与えるからである。これを防ぐ方法は2つあり、一つは電子線を高速にすることで試料の通過時間を短縮することであり、もう一つは試料を薄くすることで電子の通過時間を短くすることである。電子線を高速にすることは電子顕微鏡の加速電圧を高圧にすることであり、最初は50KVであったものが、1955年の時点では100KVになった。またマイクローム等の超薄切片をつくる装置が開発され生物系試料の観察に応用された。この他の方法として試料を低温にする方法も追求された。

一方で、材料系の試料では生物系の試料に比べて密度が大きいため、電子の加速電圧を上げることが必要となる。また材料系の試料は加熱により変態を起こす、結晶相転移が起こる、転位面が成長するというような現象が起こるが、これらの現象は試料を直接的に加熱しない限り観察できない。しかし、電子顕微鏡の中で加熱をすることは加熱により表面からガスが発生して真空が劣化する等の装置によく影響を与えるため、積極的に取り上げられなかった。このような状況下で1954年にロンドンで開催された第3回の国際電子顕微鏡学会で発表された電子顕微鏡の内部で試料を加熱する・冷却する装置は日本の技術として国際的な評価を得ることができた<sup>(14)</sup>。

しかし、当時の装置は相変わらず不安定で外部の磁場や振動に弱く、顕微鏡写真が取れる時間は深夜しかなく、レンズの焦点合わせや軸の調整には多くの時間を費やした。湿度の高い梅雨の時期には高圧電源が漏洩電流のために安定しなかった。装置の納入時の据付調整は1名では出来ず、必要に応じて3名であたるような状況であった<sup>(15)</sup>。

### 3.3 世界一を目指して海外進出

日立、島津、日本電子の3社で、1955年に国内の設置台数は250台に達した。この中で例えば昭和24年から25年にかけて開発し島津製作所が発売した小型のSM-C2型では対物レンズと投影レンズが1本の純鉄の

筒の上下にはめ込まれ、後からの芯出し作業が不要の操作性がよい機構であって、納入台数が計75台を数えた<sup>(16)</sup>。

戦後の数年間でこれだけの市場が出来た要因として2つの点が挙げられる。一つは当時の文部省の科学予算の重点配分により。毎年電子顕微鏡数台の購入の予算が組まれたことであり、もう一つは電子顕微鏡の研究者が海外と遜色のない数の500名（当時の電子顕微鏡学会の会員数）もいたことである<sup>(17)</sup>。

しかし、1955年の時点で国内4社が持続して事業を進められるほどの需要は国内になかった。また技術的に海外の製品よりも卓越しているとはいえなかったので、「狭い市場の中で共倒れになる」ことの危惧をもった人もあった<sup>(18)</sup>。海外勢に対抗するために提携や分業も考えられており水面下ではいろいろと動きがあったが実現にはいたらなかった。このため、日本のメーカーは大学との連携はあったものの、独自に開発を進めた。

1950年代における海外市場での主要メーカーはアメリカのRCA、西ドイツのシーメンス、オランダのフィリップスであったが、そのほかにも、西ドイツのAEG、イギリスのメトロポリタン・ピーカーズ、フランスのOPL、スイスのトリュブ・トイバー。アメリカのGEが電子顕微鏡を製作していた。この中で、最初に商用機を開発したシーメンスが技術的にも市場をリードした。特に1956年にシーメンスが販売を始めたElmiskop Iの性能は、当時としては最高の分解能1nmを保証していた。この分解能は生物等の形状を観察するには十分な分解能であり、全世界に売れた。更に1957年に、この装置を使用してイギリスのメンター（J. Menter）らが、酸化モリブデン結晶で当時の最高分解能を記録した0.69nmの格子像の撮影に成功したが、この成功は電子顕微鏡で原子そのものの像が見える可能性を身近にした。この装置は日本の顕微鏡開発に当たる技術者にも大きな衝撃を与えた。この装置はその後の電子顕微鏡の原型といえるものであったからである<sup>(19)</sup>。そしてこれを期に装置は発展期を迎えることになる。日立の技術者はこの装置のキャッチアップに懸命になる。彼らが技術的に追いついたと思えたのは2年後である<sup>(20)</sup>。

このような状況で日立製作所は1955年にHU-9型をアメリカのUCLAへの輸出に成功し、日本電子は1956年にフランスのCNRSへの輸出に成功して海外進出への第1歩を築くことが出来た。日立の装置は電子顕微鏡像と同時に同じ視野の電子回折像が得られることが評価され、日本電子の装置の特徴は試料が1000℃加熱



図3.9 シーメンスの電子顕微鏡Elmiskop I<sup>(21)</sup>

でき、-180℃まで冷却できることであった。競合するシーメンスのElmiskop Iの分解能1nmに対して日本電子のJEM-5型の保証分解能は1.5nmであった。フランスでの購入条件は(1)外国の模倣でないこと、(2)性能が高いこと、(3)アフターサービスが行き届いていることの3条件であったという<sup>(21)</sup>。

この輸出を機に日本の日立と日本電子は世界に出て行く橋頭堡が築けたことになる。そして、電子顕微鏡のニーズは生物の構造や形状の観察と共に金属等の結晶構造や転位の観察などの材料の評価に拡大することになる。

#### 参考文献

- (1) 学術振興第14号 p35 (1939)
- (2) 朝倉健太郎、安達公一「電子顕微鏡をつくった人びと」p136 (1989)
- (3) 朝倉健太郎、安達公一「電子顕微鏡をつくった人びと」p134 (1989)
- (4) 写真 東京大学工学部 朝倉健太郎氏
- (5) 朝倉健太郎、安達公一「電子顕微鏡をつくった人びと」p134 (1989)
- (6) 日立ハイテクノロジーズ提供
- (7) 日立ハイテクノロジーズ提供
- (8) 朝倉健太郎、安達公一「電子顕微鏡をつくった人びと」p
- (9) 真壁英樹「島津分析機器：ひとものがたり」p16 (2006)
- (10) 風戸健二「よおーし電子顕微鏡で行くぞ(上)」p154 (1997)

- (11) 日本電子提供
- (12) 伊藤一男：私信
- (13) 伊藤一男、次男「電子顕微鏡学会誌第1巻1号p47  
(1949)
- (14) 外村彰編「電子顕微鏡技術」p22 (1989)
- (15) 日本電子35年史p48 (1986)
- (16) 真壁英樹「島津分析機器：ひとものがたり」p36  
(2006)
- (17) 日本電子35年史 p42 (1986)
- (18) 風戸健二「よおーし電子顕微鏡で行くぞ (上)」  
(1997)
- (19) Tom. Mulvey Advances in Imaging and  
Electron Physics Vol96 p30 (1996)
- (20) 外村彰編「電子顕微鏡技術」p22 (1989)
- (21) Tom. Mulvey Advances in Imaging and  
Electron Physics Vol96 p30 (1996)
- (22) 風戸健二「よおーし電子顕微鏡で行くぞ (上)」  
p257 (1997)

# 4 透過型電子顕微鏡の性能向上と機能拡大—科学機器から分析機器へ

透過型電子顕微鏡の開発にはウイルスのように光学顕微鏡で見えない生物や細胞の微細な形状を観察するという誰にでも明快なニーズがあったが、一方で電子回折現象を利用して物質の解明をしたいというニーズも平行して存在した。結晶は原子が規則正しく配列しているので、各原子から散乱された電子は互いに干渉して特定の方向に回折線をつくる<sup>(1)</sup>。この回折線から回折像が出来るが、この回折像は結晶の構造を反映する。同様な情報はX線でも得られるが、X線では試料中のどの場所の情報がわからないのに対して、電子回折像は電子顕微鏡像との対応がつけられるので、場所が特定できる利点があった。1956年（昭和31年）にメンターが結晶の格子構造の観察に成功し、同時期にボルマンがステンレスの転位の観察に成功し、鉄を初めとする金属の性質を研究するとニーズも増大した。生物系の電子顕微鏡では既に試料を充分薄くする技術が確立していたので加速電圧をあげるよりも、観察が容易にできることが求められたのに対して、材料系の電子顕微鏡では厚みのある試料の測定への要求や高分解能化への要求もあってより高圧の電子顕微鏡が必要となった。このため、500KVから3MVの加速電圧の電子顕微鏡が開発された。また、市場のニーズに対応する

ためには複数の機種を揃えることが必要となった。

しかし、装置の調整には、時間と人を必要とし、納入した先でも一枚の意味のある電子顕微鏡像の写真を得るためには熟練した専任のオペレーターの助けが不可欠等の事情は変わらなかった。

オペレータには、装置の保守、電子顕微鏡の像として意味があるかどうかの判断、いい像を得るための試料の作成が要求された。近隣の鉄道の列車の通過に伴う、磁場の乱れや、建屋の振動の影響等を避けるため、像の写真を撮るのが深夜になることが日常であった<sup>(1)</sup>。装置はこのような状況であったが、電子顕微鏡へのニーズは強かった。

しかし、これだけのニーズにも関わらず、市場の拡大は10社が商売をするには不足であった。このような状況から、1950年に世界で10社以上あった電子顕微鏡メーカーは島津が1965年にRCAが1969年に撤退し、日本の日立製作所、日本電子、明石製作所、オランダのフィリップス、ドイツのシーメンス、カールツァイスに絞られた。

1960年代の分解能は生物試料の形状をみるためには充分なものがあつた。しかし、高品質の材料の開発には更に分解能が必要であった。ここで更に電子顕微鏡

表4.1 1951年から1970年までの透過型電子顕微鏡の販売開始時期

1951年	日立製作所：HS-2 [50KV 普及型] 日本電子：JEM-4A [50KV 電子回折]
1953年	日立製作所：HU-9 [100kV 3nm] 明石製作所：SUM-80 [80KV 5nm]
1954年	日立製作所：300KV バンデグラフ型 島津製作所：200KV 5nm
1955年	日立製作所：無電撃電子銃ダブルコンデンサー 日本電子：100KV 1nm 10万倍
1958年	日立製作所：50KV 全電子レンズの永久磁石励磁 島津製作所：300KV 2nm
1961年	日本電子：JEM-6A 100KV 0.8nm 明石製作所：TRS-6A 50KV 1.5nm 高性能高圧安定化回路採用 日立製作所：HU-11A 125KV 試料観察多様化、試料傾斜TV式
1964年	日本電子：JEM-7 電磁軸合わせと非点補正 日立製作所：HU-500 [500KV] 10段分割加速管、CW昇圧 島津製作所：500KV 0.69nm
1966年	日立製作所：HU-200 汎用機最高加速電圧 日本電子：JEM-1000 1000KV
1967年	日本電子：JEM-200
1968年	日本電子：JEM-100B 100KV 0.2nm 分子像 撮影
1969年	日立製作所：HU-1000 30段分割加速管
1970年	日立製作所：HU-12 125KV 0.3nm 倍率ズーム方式 日立製作所：HU-3000 3000KV 明石製作所：S-500 100KV 0.3nm Sゾーンレンズ

の性能をあげるための開発、つまり高分解能化を志向するか否が分岐点となった。ここまで技術開発をリードしてきた電子顕微鏡のトップメーカー、シーメンスは高分解能化への投資をせず市場から撤退していった。1960年代から1970年代にかけての電子顕微鏡の分解能の向上を目指した性能の競争では、日本の日立製作所と日本電子が競い、世界をリードすることになる。この競争で装置の性能だけでなく安定性や操作性が優れた電子顕微鏡が提供できるようになった日立と日本電子が競争で優位に立ちそれ以後、電子顕微鏡の供給は日立と日本電子の2つのメーカーとオランダのフィリップス社の3社に絞られた。

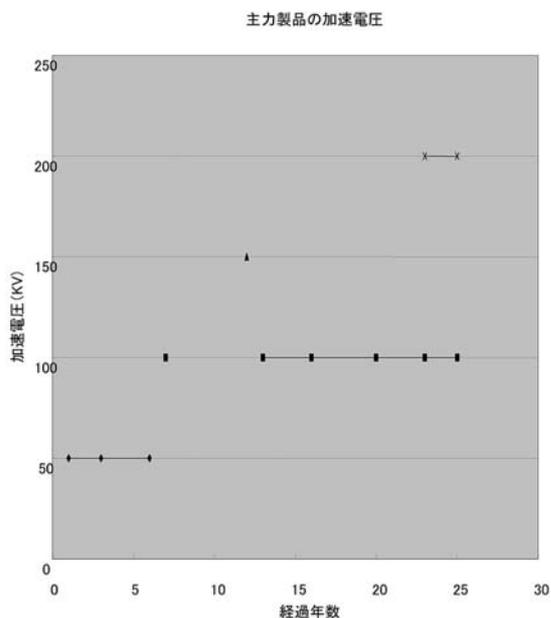


図4.1 加速電圧の高圧化

1960年代の後半（昭和40年代前半）には生物系の電子顕微鏡の加速電圧は100KV、材料系は200KV以上との市場の評価が固まりつつあり、装置の標準的な基本構成も固まりつつあったので、各要素技術の性能向上や付加機能の開発が活発になり、装置の性能、機能の向上が進むこととなった。

#### 4.1 理論分解能への到達を目指した分解能向上への挑戦

1nmという物質の形状を観察するには十分な分解能に到達すると、次の目標は物質を構成する原子1個が見える分解能となった。目安としては原子1個が判別できる分解能として0.1nm程度が必要と考えられた。

このような状況から分解能の指標としても今までの「点分解能」に対して結晶の格子間隔を指標とする「格子分解能」が使用されるようになった。それまで電子顕微鏡の性能を示す分解能は、光学顕微鏡の分解

能と同様に対物レンズの性能と電子線の波長で決まる、近接した2つの点物体を見分けられる限界を示す値「点分解能」で示された。格子分解能は電子顕微鏡像として得られた結晶格子像で得られる格子縞の間隔を分解能の指標とするものである。

前述したように1956年に発売されたシーメンスのElmiskop Iの保証分解能は1nmであったが、1958年には日立の菰田、塩田等がHU-11型機で塩化白金カリの0.69nmの撮影に成功して当時の世界一となる。その後1961年にマックスプランク研究所（MPI）のダウエルが、シーメンスの装置でトレモナイトで0.32nmの格子分解能の撮影成功を発表した。1965年4月には日本電子の渡辺、日立の菰田がそれぞれの会社の電子顕微鏡で0.181nmの銅の200面を撮影し、7月に0.143nm、10月に0.127nmの分解能に達した。

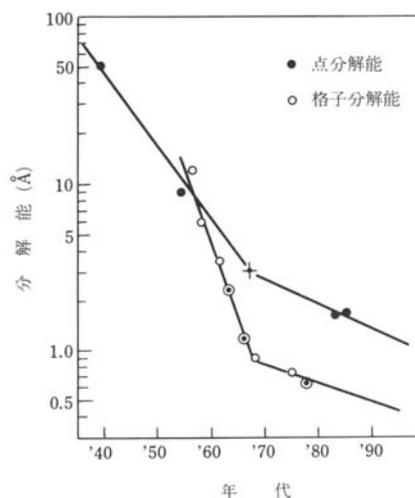


図4.2 高分解能競争の軌跡<sup>(2)</sup>

図4.2に実際に得られた電子顕微鏡像で到達した分解能競争の時間推移を示した。1960年代になり、競争は格子分解能で行われたことがわかる。また、グラフから70年代から分解能の向上のテンポが変わったのは、それまでは機械振動や磁場の影響等の装置上の問題が分解能向上を妨げていたが、一応、これらの問題が一段落し、70年代以降は電子光学系や磁場レンズという、電子光学に関する課題の克服に重点が推移したとの解釈ができる<sup>(3)</sup>。

1968年に日本電子が0.2nmの点分解能を保証した装置を開発販売し、以後日立と日本電子が世界をリードすることになった。



図4.3 世界をリードする先駆けとなった点分解能0.2nmの電子顕微鏡JEM-100B<sup>(4)</sup>

#### 4-1-1 電子光学系の改良、

分解能の良い像を得るために試料に照射する電子線は一定の方向に動く必要がある。電子線源から出てくる電子の軌道は方向がそろっていない。電子線源を原点として仮想的に直線を定めて（これを光軸という）この軸上の試料の位置に電子線が集まるようにする必要がある。このためのレンズとして磁界型レンズが使用される。この磁界型レンズは像のゆがみ等を小さくするために磁場の回転対称性を良くし、焦点距離の短いレンズにするために強い磁界を集中させる必要性から、励磁コイルを軟鉄の磁気ヨークで囲い、ギャップ部に銃鉄製のポールピースをはめ込みその先端部に強い磁界を集中させる。この磁界レンズでは電子は軸に対する方向を変えると共に軸の垂直面で回転をする。このような像の回転をなくすためにダブルギャップレンズが金谷、レンツ（Lenz）等により考案され<sup>(5)</sup>使用されている。この磁界レンズを組み合わせることで電子光学系が構成される。

電子光学系の役目は電子線源（電子銃）から出た電子を試料上に集束するためのコンデンサーレンズ系と、試料上の像を拡大して投影する結像レンズ系から構成される。コンデンサーレンズ系では電子銃から出た電子線のクロスオーバーを第1コンデンサーレンズで $\sim 1/10$ に縮小し、縮小したビーム像を第2コンデンサーレンズ（倍率は $\sim 1$ 倍）で対物レンズの物面に移送するレンズである。ここでクロスオーバーとは電子線が電子レンズによって収束されたとき、電子線の断面が最小になる位置（点）のことである。結像レンズ系は対物レンズ・中間レンズ・投影レンズから構成される。各レンズの励磁電流を調整することにより、各種の収差を抑え、像回転を除くなどして、低倍（ $\sim 50$ 倍）から高倍（ $\sim 150$ 万倍）までの像が得られる。第一中間レンズの焦点を変えることで回折図形が得られる。

電子顕微鏡の像の観察だけであれば、電子光学系を構成するレンズは少ない数のほうが軸の調整等がし易くなり、像を得るために装置の調整をしながら使用するには都合がいい。しかし、電子顕微鏡を材料組成の評価に使用するためには電子線と物質の相互作用で起こる、回折や電子線のエネルギー損失、発生する蛍光X線等、利用することが求められる。このため、試料上の対象となる位置を探し、その位置で観察をするには、低倍率の像から高倍率の像まで倍率を変えて実施できるよう、性能向上と同時に操作性の改善が求められた。このために構成されたレンズ系は標準的なものでコンデンサーレンズが2個構成、結像レンズ系が3個の構成となった。1970年代にはこの電子光学系の設計に際してコンピュータによる電子軌道の計算が出来るようになり、レンズ系の設計、ポールピースの設計等がコンピュータシミュレーションを援用して実施されるようになった。図4.4に商用機の保証分解能の推移を示した。この図は電子顕微鏡が市販されてから25年間（1938～1963年の推移を示した）。

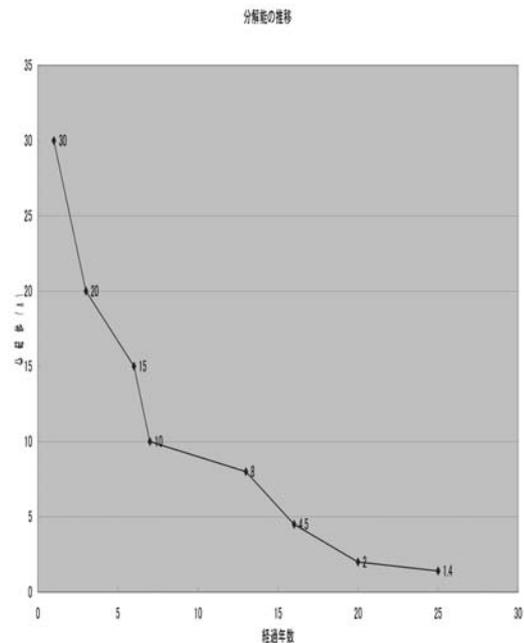


図4.4 商用機の高分解能化の推移

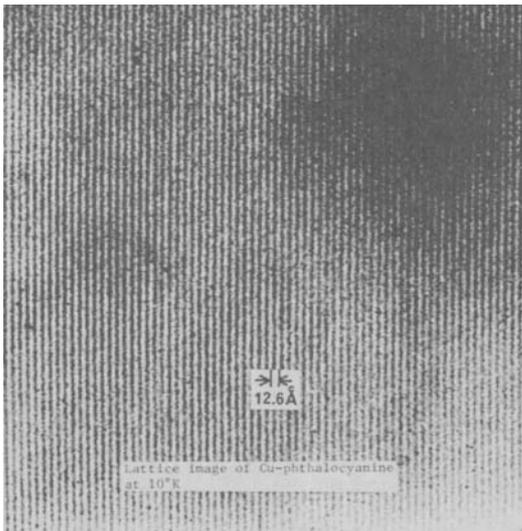


図4.5 1950年代の銅フタロシアニンの原子像<sup>(5)</sup>

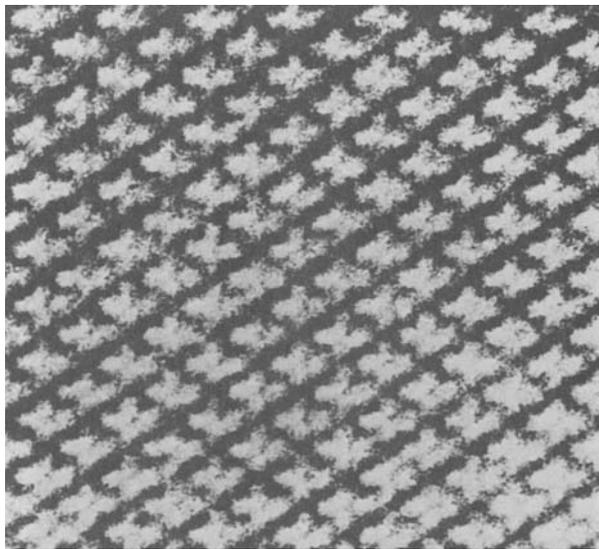


図4.6 1960年代の銅フタロシアニンの原子像<sup>(6)</sup>

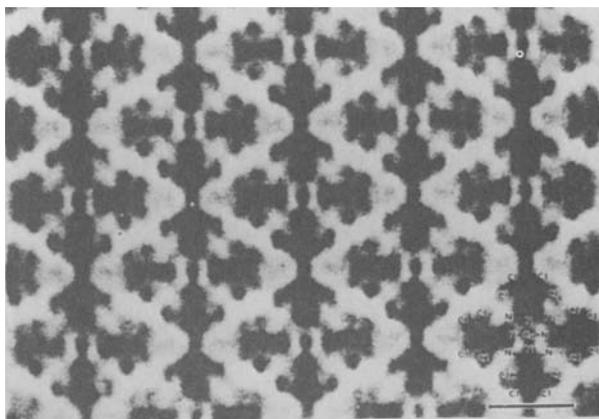


図4.7 1970年代の銅フタロシアニンの原子像<sup>(6)</sup>

図4.5から図4.8に銅フタロシアニンの原子像を示した。この一連の図から電子顕微鏡の分解能のちょっとした向上による違いが、結晶格子像では違いが顕著にでることがわかる。尚、銅フタロシアニンの格子間隔は1.25nmである。

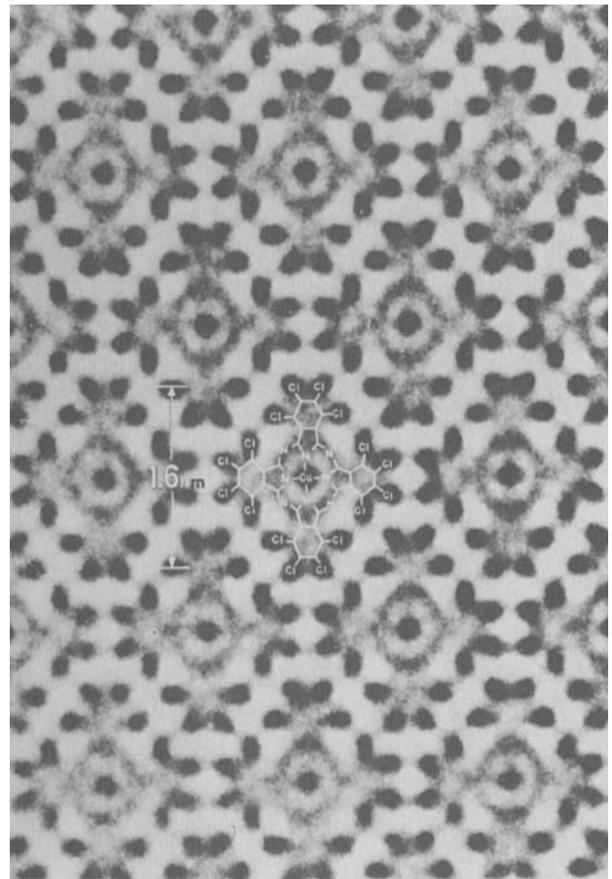


図4.8 1980年代の銅フタロシアニンの原子像<sup>(6)</sup>

#### 4-1-2 電子線源の高輝度化、(熱電子銃から電界放出型電子銃へ)

基本性能の最高倍率は直線状に電子線源と複数の電子レンズ、試料を最適な間隔で配置する位置を設計することで決まる。この設計をするための前提は、電子線源が点光源であり、単波長であることである。しかし、実際の電子線源は点ではなく大きさを持ち、波長もある一定の幅をもつ。電子線源の大きさは球面収差となって像がぼける原因となり、波長の拡がりは色収差となって像がぼける原因となる。電子レンズ系の開発が一段落すると、分解能を向上させるために電子線源を改良する開発が加速した。電子は空気中では分子と衝突を繰り返して消失してしまうので、真空中に2枚の電極を置いてその間に電圧をかけて金属中から放出させる。しかし、これだけではたくさんの電子は出てこないで、金属を加熱することにより電子を放出しやすくし、放出した電子を一定方向に運動するように、電極に穴をあけてその間を通る構造にする。これを熱電子銃といい、この原型は最初の電子顕微鏡でルスカにより使用された。1970年になりシカゴ大学のクリュー教授が、この熱電子銃よりも輝度が高く、波長の拡がりも小さい電界放出型の電子銃（以後FE電子銃）を電子顕微鏡に搭載してトリウム原子の観察に成功し

た。熱電子銃はフィラメントが2800℃に加熱されるのに対して電界放出銃ではフィラメントの加熱温度は400℃と低いため熱揺らぎが小さくより単色に近い電子線が得られる。しかしFE電子銃は超高真空下で動作をさせることが必要のために汎用の電子顕微鏡に搭載されるまでにそれから20年を要した。当時、超高真空を生成するための真空ポンプでは電子顕微鏡の鏡筒に取り付けられる真空ポンプが出来なかったためであ

る。このFE電子銃の普及の前に当初から使用されたタングステンに代わり6硼化ランタンを使用したLaB<sub>6</sub>電子銃が使用可能となった。このLaB<sub>6</sub>電子銃はタングステンに比べて輝度が高く電流が多く取れるために、試料の面上でより狭い領域での観察を可能にした。尚、現在でもこれらの3種の電子銃が実際に使用されている。

表4.2 電子銃の性質の比較表

	タングステン	LaB <sub>6</sub>	FE
光源径	20 μm	10 μm	5~10nm
輝度	10 <sup>5</sup> A/cm <sup>2</sup> /Sr 10	10 <sup>6</sup> A/cm <sup>2</sup> /Sr	10 <sup>9</sup> A/cm <sup>2</sup> /Sr
エネルギー幅	3~4 eV	2~3 eV	0.2~0, 4eV
動作温度	2800℃	1900℃	常温~400℃
真空度	~10 <sup>5</sup> Pa	~10 <sup>5</sup> Pa	~10 <sup>8</sup> Pa

## 4.2 分析機能の付加

電子線を試料に照射すると試料を透過する電子の他に、照射した電子が試料から反射する反射電子、試料中の電子が透過する電子に励起されて発生する2次電子、照射された電子と試料中の原子がもつ電子との相互作用により、発生するオージェ電子、蛍光X線、カソードルミネッセンス光等がある。電子銃の輝度があるると試料上で大きな電流がとれるようになるために電子線が試料に照射された時に発生するこれらの電子や光を利用して像の観察だけでなく元素分析等が利用可能となる。

電子銃の輝度があるることにより電子顕微鏡が発明されてからの10年間に提案されていた走査電子顕微鏡法や、電子線損失エネルギー分光 (EELS)、蛍光X線を用いた元素分析等が透過型電子顕微鏡に付加されるようになった。しかしこれらの機能を生かすためには試料面上で電子があたる領域を絞りこむことが大切になる。分析機能ではどの場所を分析するかが重要なので、試料に照射される電子線の径はなるべく小さいほうがよい。このため効率よく電子線を絞るための電子光学系の開発や試料を傾斜させたり、加熱や冷却をする機能も汎用の装置に取り込まれるようになった。

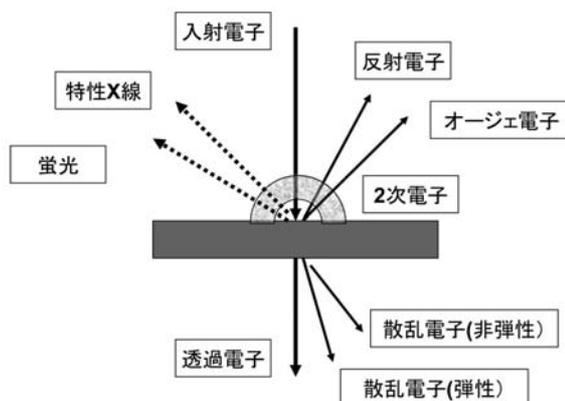


図4.9 電子線照射により発生する信号

表4.3 1975年から1986年までの透過型電子顕微鏡の販売開始時期

1975年	日立製作所：	H-500 125KV スポットスキャンTEM付属
	日立製作所：	H-700 200KV 6段加速
1976年	日本電子：	JEM-100CX 100KV クリーンバキューム (フィリップス：EM-400 100KV 0.5nm PROMベースデジタル制御)
1978年	日本電子：	JEM-200CX 200KV 装置の高さ 2.64m
1979年	日立製作所：	100KV トータル分析電顕、LAB6電子銃、マイコン搭載
1980年	明石製作所：	LEM-2000 電子顕微鏡と光学顕微鏡を一体化
1981年	日立製作所：	(H-1250S) [1250KV 0.16nm]
1981年	日本電子：	JEM-1200EX [120KV 3郡6段結像レンズ系採用]
1982年	日本電子：	(JEM-ARM1000) [1000KV 原子直視超高压電子顕微鏡]
1982年	日立製作所：	H-800 [5段結像レンズ系、像無回転拡大]
1983年	日立製作所：	走査透過電子顕微鏡 (H-1250ST) [1250KV 電界放出型電子銃搭載可能]
1983年	日立製作所：	H-600FE) [100KV 電界放出型電子銃使用]
1983年	明石製作所：	EM-002A [画期的な低収差対物レンズ]
1983年	フィリップス：	EM 420 STEM [120KV,総合分析電子顕微鏡]
1984年	日本電子：	JEM-2000FX [200KV、極微少プローブ照射系採用]
1984年	日本電子：	JEM-4000EX [400KV]、
1985年	日立製作所：	H-7000 [像無回転拡大と像任意回転]
1986年	日本電子：	JEM-2000FXV 超高真空電子顕微鏡
1986年	日本電子：	JEM-2000FXV 超伝導レンズ採用
1986年	明石製作所：	EM-002B [200KV、分析TEM]

#### 4-2-1 電子線回折

電子顕微鏡の開発には光学顕微鏡で見えない小さい物体の像を観察することがモチベーションとして働いていたが、一方で電子線が波として持つ2つの性質—回折と干渉—を生かした使用法も開発された。この2つの特徴のうち干渉を利用した電子線ホログラフィーはガボールにより1947年に提唱されたが、実際に原子像が得られたのは1985年になってからであった<sup>(7)</sup>。回折に関しても、電子線回折が結晶の構造の解析に利用することがやはり電子顕微鏡開発の当初から試みられた。結晶を試料とした場合、試料を透過した電子線は透過波と回折波に分かれる。透過波は平面波と考えられるのに対して回折波は試料を原点とした球面波と考えられる。このため回折波だけ、あるいは透過波だけで像を形成するためには、試料の向きを調整したり制限視野絞りの位置の調整をしたりすること等が必要となる。しかし、電子線回折は結晶学や、金属材料の強度等の性質を左右する金属の転位に関する研究等に必要ことから、透過型電子顕微鏡の重要な付加機能であった。金属の転位の研究では金属内部での転位をそのままの状態を観察するためには一定の厚みが必要であったために、加速電圧の高い電子顕微鏡が必要であった。金属の透過率は電子線の速さ(加速電圧)に依存し、速いほど(加速電圧が高い)厚い試料を観察可能となる。そこで電子顕微鏡の加速電圧は200KV、300KVとより高圧となり、電子回折機能が容易に使えるように電子光学系にも工夫が加えられた。

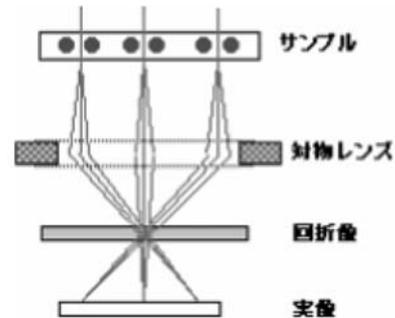


図4.10 電子回折像の結像の原理図

図4.10電子回折像の結像の原理を示した。結晶中に入射した電子線は、規則正しく並ぶ原子の配列によって回折現象をおこし、多数の波に別れて出てくるが、この多数の波を電子レンズで集めて結像し、結晶中の原子配列の様子を像として直接観察する。図4.11に単結晶の電子回折像の予想図を示した。

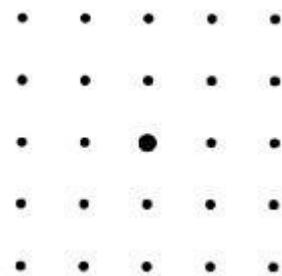


図4.11 単結晶の電子回折像の例(予想図)

#### 4-2-2 電子線エネルギー損失分光法 (EELS)

電子線が試料を透過する時に、入射電子線の一部は非弾性散乱されてエネルギーを失う。電子線エネルギー損失スペクトルは、この電子線のエネルギー分布を測定し、物質の結合状態や組成を分析する方法である。この方法は現在では微細な構造をもつ半導体の構造等の観察と分析に利用されている。電子顕微鏡で使用している磁場型レンズはレンズの拡大率(縮小率)が限られるため、レンズを2段にして2枚のレンズを使うという光学系の改良により入射する電子線の照射プローブ系が絞れるようになった。このため、微細化が進む半導体デバイスの分析手段として使用されるようになった。装置は試料の下側の鏡体の下部に取り付けられ、90度の磁場型セクターと4極子レンズにより構成される。図4-12図に電子線損失エネルギー分光器を装着した走査型透過電子顕微鏡の構成を示す。電子線プローブから照射された電子は試料中で試料中の原子と相互作用をしてエネルギーを失って放射される。この電子をレンズで集めてEELS分光器に導入する。EELS分光器を走査してEELSスペクトルが得られる。この装置では通常の電子線と異なり電子線を走査することによりSTEM像を得、EELSスペクトルのピークの一つを選んで分光器を固定し電子線を走査して元素マッピング像を得る。これらの情報から試料中のある位置にある元素の種類がわかり、試料中の元素の分布がわかる。

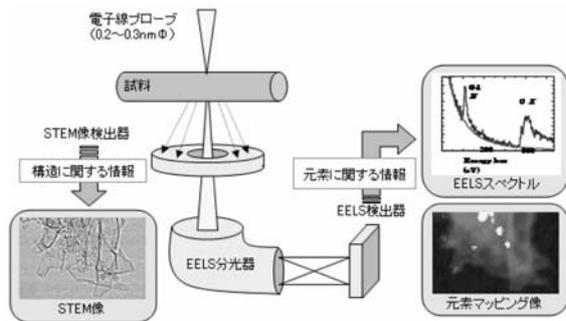


図4.12 走査型透過電子顕微鏡の構成<sup>(9)</sup>

#### 4-2-3 蛍光X線スペクトル

電子顕微鏡によって蛍光X線スペクトルを得る方法は、キャストンにより1950年走査型電子顕微鏡タイプの電子顕微鏡で実現され(金属中の結晶粒の界面に偏析する不純物元素の検出、岩石の組成比の決定等の目的で使用された。しかし、蛍光エックス線のスペクトルを得るためには電子線の強度がつかいが必要であったため、長い間専用の電子顕微鏡(電子線マイクロアナライザー)が使用された。これはX線の分光をX線の波としての性質を利用する湾曲結晶による干渉

効果を利用したために集光効率が悪かったためである。平らな結晶ではX線が集光できないため、結晶を凹面型にして利用するが、結晶は曲げることが難しいので、僅かな湾曲を持たせることしか出来ない。集光の条件を満たす配置では試料から空間の全領域に向かって発生するX線のごく一部しか集光できないからである。

1960年代になり、Ge結晶を利用した $\gamma$ 線検出器をX線検出器として利用することが、試みられた結果、Geはエネルギーバンドの幅がX線の検出には適さないことがわかり、代わりにSi結晶にLiをドーブしたX線検出器が開発され走査型顕微鏡に取り付けられて使用され始めた。この検出器はX線の持つエネルギーに対応してエレクトロンホールペアを生成し、このエレクトロンホールペア数を計数することにより分光する(EDS: Energy Dispersive Spectroscopy)。干渉現象を利用する湾曲結晶に比べると、X線の励起現象を利用するため分解能が悪いが、1970年代に発達したデジタルエレクトロニクスを巧みに利用することにより、欠点を補って主流の方法となった。この検出器とその後のデータ処理システムは電子顕微鏡メーカーでは自作できなかった。そのため、この検出器を装着した電子顕微鏡は電子顕微鏡本体を制御するためのコンピュータシステムとEDSシステムのコンピュータが2台並べられた。この状態が解消され、透過型電子顕微鏡のコンピュータシステムが統一したシステムとして商品化されたのは1998年であり、最初に電子顕微鏡の付加機能として個別に取り付けられてから20年近くが経っていた。

この分析機能により、透過型電子顕微鏡は材料開発からデバイスの開発で活用されるようになった。酸化亜鉛と銀の多層膜の評価をした例を図4.13に示した。この像から均一の膜がついているかがわかり、EDSスペクトルから元素の種類が確認でき、回折パターンから結晶性の評価が出来る。

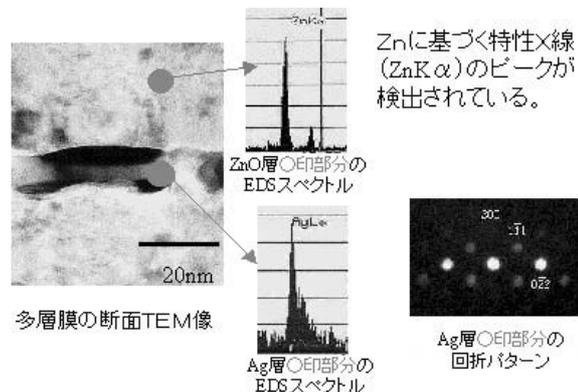


図4.13 元素分析の例

## 4.3 3次元情報を持つ画像の獲得への挑戦

透過型の電子顕微鏡で得られる顕微鏡像を記録する技術は重要な技術である。顕微鏡が開発された当時から1990年の前半までの50年間、透過電子顕微鏡の像は影絵のように2次元の像ですまることが出来た。しかし、半導体の微細化により、電子回路が立体化すると、孔径に対して深さが大きい（アスペクト比が大きい）構造をもった形状の観察や、生物分野ではたんぱく質の立体構造が観察の対象となることなどにより、立体的な3次元の像を得ることが必要になった。このため試料を傾斜して複数の顕微鏡像をコンピュータで画像処理をすることにより3次元像を得ることが行われるようになった。

### 4-3-1 記録媒体の進歩

ルスカは透過した電子が結像する面に帯電防止をした蛍光板を置いて、この蛍光を写真撮影する方法が使用された。この方法は1980年までは大多数の電子顕微鏡で使用された。光学顕微鏡ではつまみを調節することにより、焦点のあった像を得ることが容易であるが、電子顕微鏡ではこの焦点の合う像を捉えることが難しい。このため撮影の条件を変えて多数の写真を撮影し、これらの写真から最適なものを選んでいった。また現象の方法も工夫をしてコントラストがつくようにし、焼付けの手加減をしていい像の写真を得ることが必要であった。

記録媒体としての写真は分解能が高い反面、感度が低く、ダイナミックレンジが小さい、コンピュータで画像処理をするためにはデジタル化が必要等の欠点がある。このような写真の欠点を解消する記録媒体として1983年に富士フィルムで宮原等により<sup>(10)</sup> X線ラジオグラフィ用イメージングプレートが開発された。

イメージングプレートはX線、電子線、中性子線による励起で蛍光を発生する現象を利用した積分型の二次元検出器で、輝尽性発光体（Eu）の微結晶をプラスチックフィルムに塗布したものである。

図4.14にイメージングプレートの構造を示した。



図4.14 イメージングプレートの構造

イメージングプレートの特徴は感度の直線性が優れていることで記録できる面積は約80×100mmでダイナミックレンジ5～6桁と、共に大きい。露光されたイメージングプレートにHe-Neレーザを照射し、輝尽性発光体（Eu）から発光する青色光を光電子増倍管で電気信号に変えて記録された画像を読み出す。光電子増倍管1本では5桁のダイナミックレンジしかカバーできないので、最新の読み出し機では半導体検出器と組み合わせて6桁をカバーできる。つまり大きいダイナミックレンジを有効に活用できるかどうかは、信号の読み出し機の性能に依存している。また位置分解能（画素サイズ）も読み出し機の性能によって15～50μmと変わる。階調は最大20ビット。大きな面積を必要とする低倍のTEM像や大きなダイナミックレンジを持つ回折図形の記録に有利であるがその後登場するCCDに比べると、オフライン利用に限定されるため、現在では補助的に利用されている。

このX線ラジオグラフィ用イメージングプレートを透過型電子顕微鏡の記録に利用する試みは、日本電子の及川等と富士フィルムとで透過型電子顕微鏡に適した形に改良され1990年に実用化された<sup>(10)</sup>。

しかし、普及が進むまえにCCD検出器が登場する。CCD検出器は電子線やX線の2次元のデジタル強度記録媒体として利用される高感度の光電変換用の半導体素子で、光を照射して半導体表面の空乏領域（ポテンシャル井戸）に電荷を蓄積し、表面を通して隣接する井戸にこの電荷を伝達し、電気信号として外部に取り出すものである。電子線の検出には、蛍光材料、YAG結晶等によって電子の強度を光に変換してからCCDに露光する。イメージングプレートに比べると、ダイナミックレンジは4桁、階調は16ビットと小さいが、オンラインで利用できることがイメージングプレートにない最大の利点である。主に高分解能像取得のためのスローキャンCCDカメラとして利用される。高分解能像撮影では、写真フィルムの画素サイズ（～3ミクロン）とCCDカメラ（～13.5ミクロン）の画素サイズが違うことから、撮影時の倍率が異なってくる。写真フィルムの場合では30～40万倍での撮影が、CCDカメラの場合は60～100万倍での撮影となる。特にこのCCDとビデオカメラをくみあわせることにより、取りあえずビデオカメラに電子顕微鏡像の変化を記録しておいて、後で最適な像を探すことが出来るようになった。

### 4-3-2 コンピュータに支援された画像形成技術

CCDの利用により像のデジタル化が容易になってコンピュータによる像の事後処理が可能となった。1996

年にはシミュレーション技術を利用して得られた画像から取差を取り除くようなことも可能となった。

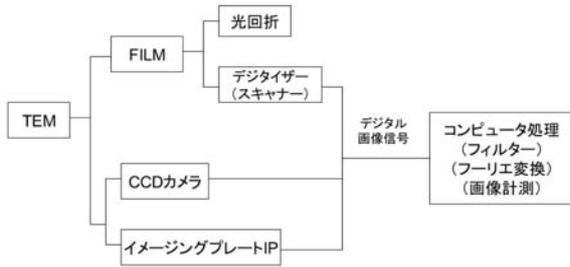


図4.15 画像処理・解析のプロセス

3次元の画像を得ようとする試料を傾斜させて電子線が試料に対して異なる角度で入射した像を得る必要がある。このためには、試料ステージは試料を傾斜したときに視野が移動しない、傾斜した状態で試料を移動したときにフォーカスが変わらない、試料を回転したときに視野が移動しないといった機能を持つことが必要である。このような機能を持つ試料ステージをユーセントリックゴニオメーターというが、このようなステージではnmレベルの高度な精度での試料移動、試料傾斜技術を必要とする。このユーセントリックゴニオメーターが実用化され、試料の傾斜角度を変えて撮影した多数の電子顕微鏡像を数学的に解析することにより3次元画像が得られるようになった。

## 4.4 自動化への挑戦 —コンピュータ技術がキーとなる

1970年代に電子回路はトランジスターからIC化が進んだが、透過型電子顕微鏡への適用は一部に留まっていた。電子顕微鏡で結晶の格子像や電子回折像を観察するときの操作の手順を図4.16に示した。生物試料の



図4.16 高分解能像観察の手順

観察や、結晶格子を見ない場合には図で示した3番目の手順は省略する。このように自動化の対象となる項目はたくさんあり、これらの手順で観察対象を除くとほとんどの項目が自動化されているが1980年当時ではこれらはオペレーターが操作をするものであった。

1980代の初頭に発売されたIntel社の8008や8086に代表されるCPUチップが実用化され装置に組み込むことが可能な価格で入手できるようになり、装置に組み込むだけの信頼性もあったので、透過型電子顕微鏡に組み込まれることになった。最初の自動化の項目はオペレーターの作業の軽減とともに、工場での装置の調整作業や、納入時間の短縮等メーカーにも利点があった。



図4.17 国産初のマイコン搭載電子顕微鏡H-600型<sup>(11)</sup>

### 4-4-1 電子光学系の制御

最初にマイクロコンピュータが導入された機種が市場に導入されたのは1981年である。最初の導入機種では複雑な電磁レンズと偏向コイルに流す電流量や電圧値の制御を行うシステムが開発された。透過型電子顕微鏡に使用される磁場型のレンズでは、励磁するコイルに流す電流量と得られる磁場の強度は比例しない。このために、例えば倍率を変えた時の電子光学系を制御するため複数のレンズや偏向コイル間の連動する変化を電気系回路だけで対応すると大量の抵抗やコンデンサーやリレーを用いた回路を構成する必要があった。これがマイクロコンピュータを用いることにより、複数のレンズや偏向コイル間の連動比の値をメモリー上に持ち、例えば、対物レンズの電流値を変えて倍率を変更するとき、関連する偏向コイルの変化量をメモリーから読んでコンピュータで設定することが可能となった。その結果、大量の電気回路を削減することが可能となっただけでなく、透過型電子顕微鏡の欠点

であった対物レンズの励磁を変えると像が回転してしまう性質（入射電子の軌道にたいし、電磁コイルの力が垂直方向に働き、その結果入射電子が円運動を起すため。）を補正することが可能となった。

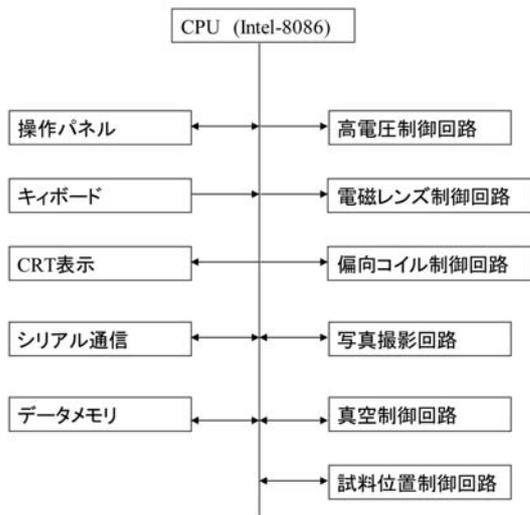


図4.18 初期のCPU制御のシステム構成

#### 4-4-2 試料交換、装置制御

8ビットのマイクロコンピュータはすぐ16ビットコンピュータとなり電子光学系、ステージ制御系、写真撮影ユニットなどを連携させて制御することが可能となり、より複雑な機能の実現が可能となった。しかし、ステージのコンピュータ制御を実現するためには試料ステージの改良等が必要であり、電子顕微鏡の画像の記録が写真フィルムからCCDに代替されることも必要であった。このようなハードウェアの改良により、現在ではかなり複雑な操作が自動化されている。

その代表的な機能は2つあり、ひとつは電子線損傷低減システム（MDS：Minimum Dose System）でありもう一つは画像計測機能（IMS：Image Measurement System）である。MDSは特に、生物試料などの観察時に、長時間、電子線を試料に照射すると試料が電子線損傷を受けてしまうことを回避する機能である。写真撮影するばあいにはあらかじめ、その撮影視野を決めておき、その視野の外周で像のフォーカスや非点の調節を行う（その間電子線損傷は、視野内では起こらない）。その後電子ビームが元の視野位置に戻ると同時に、写真撮影用のシャッターが開き、一定時間の画像撮影が行われてシャッターが閉まる機能をもつ。一方IMSは画像中の任意点間の長さや、角度等を計算するシステムで、電子線の位置の制御値と倍率の関係から試料上の実距離を計算、表示する機能である。

#### 4-4-3 グラフィカルユーザーインターフェイスとネットワーク化

マイクロコンピュータを内蔵することにより電子顕微鏡を外部のコンピュータからシリアル通信で制御することが可能となった。しかし透過型電子顕微鏡にエネルギー分散型X線分析装置を取り付ける場合には相互間での連携制御は可能となったものの、画像は写真撮影であったためにコンピュータシステムの外にあり、元素分析機能を付加するために取り付けるエネルギー分散型X線分析装置は独自のグラフィカルユーザーインターフェイスをもっていてそのデータを透過型電子顕微鏡のシステムに取り込むことは出来なかった。透過型電子顕微鏡が文字通りの分析・計測機器といえるようになったのは、内蔵のコンピュータが16ビットとなり、画像がCCDでデジタルに記録されるようになってからである。

1990年代の半ばに、パーソナル・コンピュータ（PC）にグラフィカルユーザーインターフェイス（GUI）が搭載されると、透過型電子顕微鏡の操作をGUIからすることが一般的となった。まず、電子顕微鏡画像は高精細度のCCDカメラで取り込まれて、PC上に表示されるとともにPCに内蔵するハードディスクなどに画像ファイリングされるようになり、エネルギー分散型X線分析装置のシステムが統合された。またインターネットに代表されるネットワーク技術の発展により、多量のデータの伝送が可能となったため透過型電子顕微鏡を遠隔地から操作を行い、同時に遠隔地での像観察を行うことが可能となった。透過型電子顕微鏡の自動化は、本体制御CPUの高機能化、高精細度CCDの供給、PCの性能アップ、画像のデジタル圧縮技術の発展、ネットワーク・インフラの整備など総合的な技術発展の結果可能となってきたといえる。現在では、高価な研究用の超高压電子顕微鏡を複数の遠隔地から、共有して利用するシステムが実用化されて世界で数システムが稼動している。また超高压の透過電子顕微鏡は、操作をする人が万が一の漏洩X線による被爆を受けないよう安全面から、顕微鏡の鏡筒から離れた場所で操作をするようになってきているが、これも通信を用いて外部制御することによって実現した。

### 4.5 外部から取りこまれた重要要素技術

透過型電子顕微鏡は3万個程度の部品から構成されている。このため必要な性能と機能を得るために外部の技術を活用して装置作りが行われた。電子顕微鏡の開発を始めたときにはまだ、出現していなかった多く

の技術が現在の電子顕微鏡に取り込まれている。

#### 4-5-1 高圧安定化技術

透過型電子顕微鏡では電子の波としての性質を利用する。電子の波としての基本的な性質である波長は電圧に依存する。このため透過型電子顕微鏡では高圧電源の安定性が性能に影響を与える。電圧の変動は色収差として電子顕微鏡像の質を劣化させる。このため、透過型電子顕微鏡の高圧安定化の技術は重要な技術の一つである。

この高電圧を得る方法は2つあり、高圧トランスを用いた低周波昇圧法とコックロフトとウォルトンにより考案された（1932年）整流管とコンデンサーを組み合わせて高電圧を得る方法で高周波昇圧法を言われている。

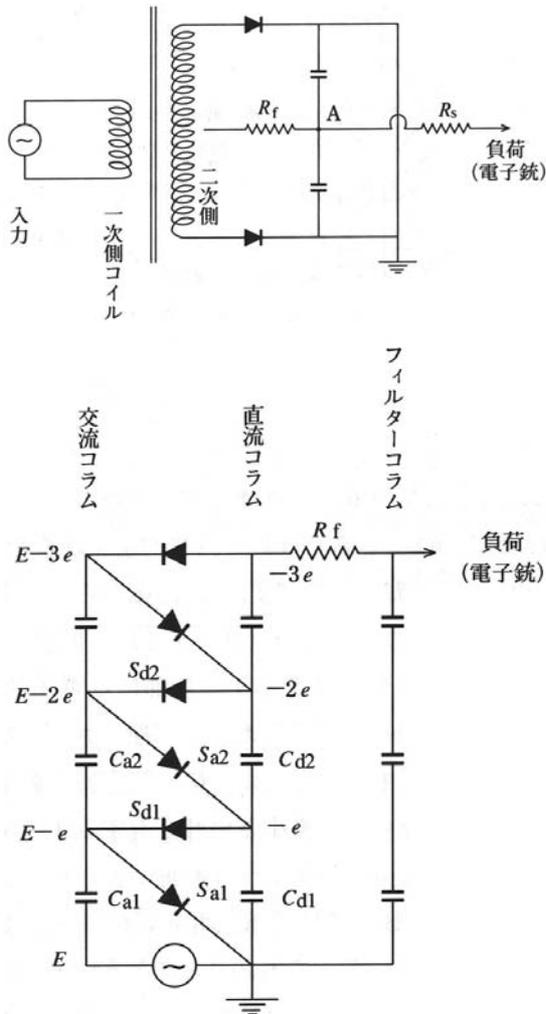


図4.19 低周波昇圧法と高周波昇圧法の概念図

図4.19に概念図を示す。上が低周波昇圧法である。トランスにより昇圧する方法である。この方法は昇圧はし易いが、高圧の部分が大気中に出やすいために湿気に弱かった。また大容量のコンデンサーを使用することが危険を伴った。これに対して高周波法は、安定

して電圧をかけるのが難しかったとのことである。実際に透過型電子顕微鏡の高圧電源の品質が安定したのは1970年代に入って真空管から半導体の整流器が使用できるようになってからである。透過型電子顕微鏡では観察をする試料に対して電子線源をマイナスの高圧にする。電子線を放出するためには電子銃を加熱することが必要であり、この加熱のための電源も高圧下にある。これらの電源筐体は絶縁油を満たしたタンクの中に収納された。このタンク的设计についても最初は試行錯誤であったと聞く。これは絶縁耐圧の値通りに製作をしても、沿面放電等で漏洩電流が流れて高圧が掛からないことも多かったからである。沿面放電はタンク内、コネクタとケーブル、電子銃の内部の3箇所が発生する。タンクとケーブルに関しては1960年代に問題は片付いた。1970年代になって絶縁油中のPCBが有害物質で使用禁止となり、タンク内の絶縁はSF<sub>6</sub>ガスとなったがこの代替はスムーズであった。1970年代に透過型電子顕微鏡の加速電圧が200KV、300KVと高くなるにつれて電子銃内での沿面放電が課題として残った。この問題は電子銃を支える絶縁碍子の品質の安定を図ることで解決に向かった。

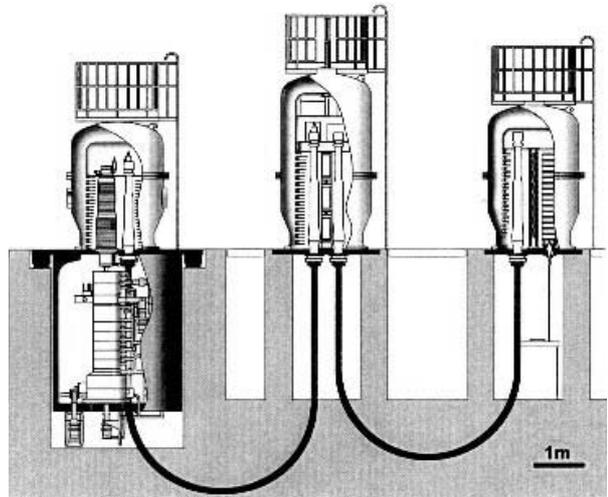


図4.20 1MeV 電子顕微鏡の高圧電源<sup>(12)</sup>

超高圧の電子顕微鏡等では安定性を得るために市販の標準製品とは異なる技術が開発され使用されている。電子加速管・電子銃、電子銃制御用電源、高電圧発生装置を分離し、別々のタンク内に隔離・収納して、直流と交流を完全に分離することにより極めて安定な高圧電源となっている。図4.20に電子線ホログラフイー用の超高圧電子顕微鏡の構成を示した。

#### 4-5-2 高真空技術

真空にはどの程度、真空中に気体分子が残っているかという量的な基準と、どのような気体分子が含まれ

ているかという質的な問題が存在する。表4.4に透過型電子顕微鏡で使用される真空ポンプの種類を示した。

表4.4 真空ポンプの種類

種類	到達真空度 (Pa)	排気速度 $m^3 \cdot sec^{-1}$	動作原理	欠点
油回転ポンプ	$10^{-1}$	0.001~0.1	気体を膨張、収縮させて移送	炭素の汚染
油拡散ポンプ	$10^{-5}$	0.05~50	気体に方向性を与えて移送	炭素の汚染
イオンポンプ	$10^{-8}$	0.01~1	化学吸着により気体を捕獲	水素が残留
ターボ分子ポンプ	$10^{-7}$	0.05~5	分子に一方方向の速度を与える	振動発生
ソープシオンポンプ	$10^{-2}$	~0.01	物質吸着により気体を捕獲	
クライオポンプ	$10^{-9}$	~0.1	極低温で気体を凝集	

真空ポンプには大気から真空にすることが得意なポンプとある程度の真空になってから更に真空をよくすることに優れたポンプの2種類がある。大気から真空をつくるのは回転ポンプとソープシオンポンプである。目的とする真空度を得るためには通常回転ポンプで一定の真空にしてから、油拡散ポンプやイオンポンプを使用する。ターボポンプは大気から目的とする真空度まで1台で到達することが可能であるが、通常は回転ポンプで一定の真空度にしてから使う。

透過電子顕微鏡の真空排気システムは、電子銃室、鏡筒、試料室、カメラ室の排気をする。標準的構成では、電子銃室、鏡筒は油回転ポンプと油拡散ポンプ—イオンポンプの系、カメラ室は油回転ポンプ—油拡散ポンプの系が採用されている。電子銃が電界放出型の場合、電子銃室は独立なイオンポンプが配置され高真空が得られるようになっている。

透過型電子顕微鏡では真空に対して電子銃、試料ま

わり、観察室で異なる要求がある。電子銃周りでは真空度の量と質が要求される。これは油拡散ポンプでは真空中の炭化水素の分子が多く、これが碍子等の汚染に繋がり、電圧の安定度に影響する可能性があるからである。試料室では通常の真空度は $10^{-5}$ Pa程度であるが、この程度の真空であると真空中の原子や分子は1分間に100回程度、試料表面に衝突する。つまり、試料表面で付着、脱離あるいは拡散を繰り返す。この炭化水素分子が電子ビームにより重合、堆積して試料面で黒色の膜を作る。これをコンタミ膜というが、この膜は像の観察の妨害になるだけでなく分析の妨害になることのほうが深刻である。1980年代になってイオンポンプやターボ分子ポンプがコモディティー化し、電子顕微鏡にこれらのポンプを利用したオイルフリーの真空系が組み込まれるようになった。図4.21には透過型電子顕微鏡の排気システムの典型例を示した。

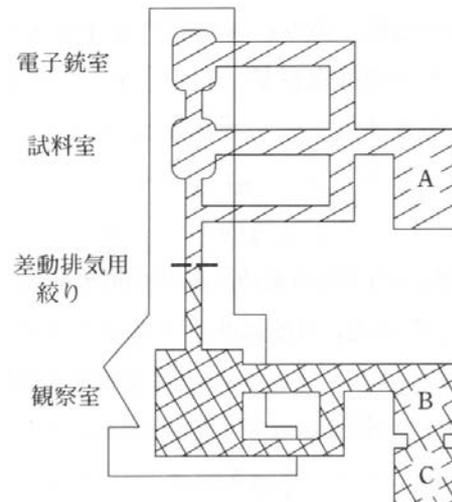


図4.21 透過型電子顕微鏡のオイルフリーの真空排気系  
A：イオンポンプ、B：油拡散ポンプ、C：油回転ポンプ

カメラがある観察室は写真フィルムが水分子を放出するので真空度は悪い。このため試料室との間に絞りを入れて差動排気システムを形成する。また、現在ではレンズや偏向コイルがガスの放出源なので、ライナーチューブを入れて真空外に出すような対策が採られている。

また、電子顕微鏡のオペレーションでは焼きだし（ベーキング）を行う。これは電界放出型電子銃室、鏡筒内壁や試料ステージを真空状態で加熱し吸蔵されているガスを強制的に脱ガスし、その後のガス放出を少なくさせるためである。電界放出型電子銃の場合は電子銃の安定な作動、長寿命、放電損傷の減少などの目的で $\sim 300^{\circ}C$ の高温で40時間以上の焼き出しを行う。鏡筒等の場合はOリングを使っているため、高温での焼き出しはできないので $60^{\circ}C$ 程度で3日間くらいの焼

きだしを行うのが普通である。

ターボポンプやイオンポンプは $10^{-8}$ Paの真空度を生成する能力を持つしか、通常の電子顕微鏡で使用している材料では材料からの放出ガスによりこのような超高真空を得られないので、超高真空の電子顕微鏡では内部構造を工夫し、超高真空用の材料を使用して製作されている。

### 4-5-3 外部環境制御技術

電子顕微鏡は1nmの長さを1cm程度に拡大する機械である。1nmの大きさの1000倍が $1\mu\text{m}$ で更に1000倍が1mmである。つまり長さを10万倍から100万倍の大きさにする。しかし、装置という観点から見ると、装置の1nmの変位が電子顕微鏡像では肉眼で見えるだけの動きとしてわかることである。このため、電子顕微鏡の開発当時から、装置を置いた部屋の環境が電子顕微鏡の観察の精度を左右した。このような像を劣化する外部環境として、電磁場の影響と機械振動の影響がある。

電磁場の影響は電子線の軌跡の変化となり、仮想した光軸からのずれとなり、分解能の劣化となる。電子顕微鏡では電子線源から像を記録する媒体まで1本の直線を仮想し、その線の近傍で結像条件等を決めている。このため、装置中の電子レンズや絞り等はこの直線に対して円対称であることが求められる。しかし、磁場型レンズのポールピース等の個々の部品の誤差や材質の不均一性、複数の電子レンズを配置したときの軸上からのずれ等が、性能の劣化をもたらす。また、外部の電磁場については、地磁気のような静磁場の影響は電子線が100KVと高圧のため、無視できるが、近くを走る電車や、高圧線のような変化する電場の影響は無視出来ない。このため、夜中の終電後にしか、最高分解能の像が取れない時期が長く続いた。また、装置による性能の違いも大きかった。このような状況は均一で品質が安定した非磁性の鉄が入手可能となり、機械の加工精度が上がってくるに従い解消されてきた。1980年代には電子顕微鏡の品質も安定した。

これに対して機械振動については、装置そのものが直立型で塔のような形状であるため装置の構造による振動防止が課題であったが1970年代に解消に向かった。一方、外部の床から伝わる振動は現在に至るまで性能に悪影響を与えている。機械振動については開発の当初は高周波の振動が主に影響を与えたため、振動防止用の細工を電子顕微鏡本体に施した。これらの対策が功をそうすると、次には低周波の振動による性能の劣化が問題となった。高分解能化に伴い加速電圧が高くなるにつれて、装置は大型化し重量も増加したた

め、1980年代にこの問題の解決の必要性が高まった。この低振動は地面から来るが、振動の様子は設置場所の地盤の構造や、設置する建物の場所に依存する。このため、装置を納入する前に予め、設置室の振動の状況と電磁場の測定を行って、性能にどの程度影響するかを予測し、目標とする性能が得ることが困難な場合には、床そのものを耐震台とすることで地面から伝わる振動を防止している。

## 4.6 観察技術 – 光学顕微鏡で使用する技術の転用から独自の方法へ

顕微鏡の像がよく見えるためには、試料から透過する電子が試料の場所により100%透過する場合とまったく透過しない場合があることが望ましい。このような透過量の差を「コントラスト」がどの程度あるかというように表現する。電子顕微鏡が対象とする試料は金属試料から生物試料まで、コントラストが付きにくい試料である。特に金属や半導体等の固体の試料では電子線との相互作用が大きいために明瞭に観察できる厚さは加速電圧200KVで50nm以下であり、高分解能観察や精度の高い組成分析を行う場合には10nm以下の均一な薄膜が必要である。

電子顕微鏡の試料としては鉄のような金属から生物試料まであり、これらの薄膜の作成法は試料の性質や顕微鏡観察の目的により種々の方法がある。これらを整理すると図4.22のように分類できる。この薄膜化された試料は支持膜の上に載せられて電子顕微鏡の中に導入される。支持膜は光学顕微鏡で使用するスライドガラスの役目をする。膜の材質としては、電子顕微鏡が開発されていた当時はコロジオンが使用されていたが、電子線照射を受けると変形するので、1980年代には使用されなくなり、現在ではカーボンやグラファイト等が使用されている。このカーボンを $0.01\sim 0.1\mu\text{m}$ 程度の径の孔径をもつ膜として金属メッシュの上に張ってマイクログリッドを作成する。支持膜は観察する試料により材質や孔径等を選んで使用する。

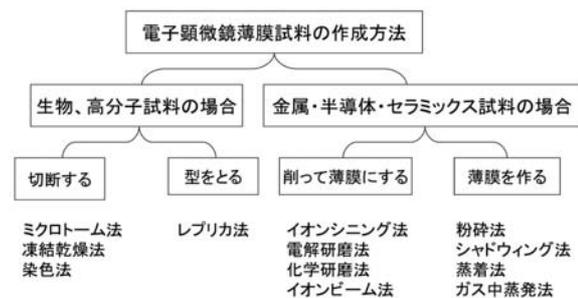


図4.22 電子顕微鏡観察のための試料作成法

図4.22に掲げた試料作成法の概要について表4.6に示した。試料の作成法の原型は1930年代にドイツで考案されたものが多いといわれる。その中で日本の技術として寄与しているものに集束イオンビーム法（FIB）がある。

この方法は特に半導体やセラミックス等の試料の作成に使用される。この方法なしには半導体の断面の観察は難しいと言われている。

表4.5 観察法の種類と概要

名称	方法	特徴
粉碎法	試料のへき開を利用して薄膜化。乳鉢等で粉碎し有機溶剤に分散させ、カーボン蒸着した数 $\mu$ 以下の穴のあいたマイクログリッド上にすくい取る	もっとも簡単な方法
イオンシンニング法	希ガスをイオン化し、試料表面に衝突させて原子を剥ぎ取る方法。まず、数100 $\mu$ 程度の厚さに切断してから10 $\mu$ 以下に機械研磨する。研磨面は鏡面仕上げをする。	金属、セラミックス等の材料の評価に使われる
電解研磨法	予め100 $\mu$ 程度に研磨し両面研磨を鏡面仕上げをする。	電気伝導のある物質に限られる
マイクローム法	厚さ0.1 $\mu$ 以下の切片をガラス刃や、ダイヤモンド刃等で切断する。	水分が多いものなどはエポキシ樹脂等で包み込んで(包摂)から切断をする。
FIB法	細く絞ったイオンビームで観察する場所を削る。	半導体デバイス等の微細な構造を持つものに使用される。

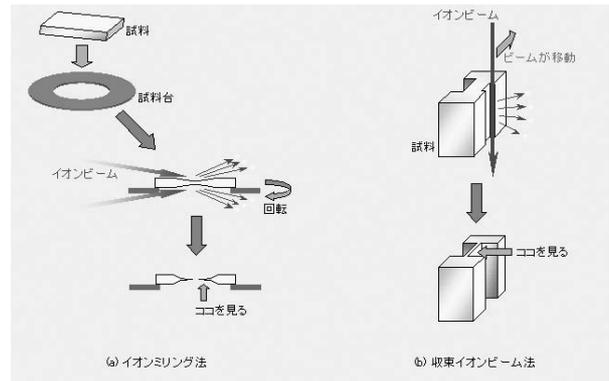


図4.23 イオンビーム法

図4.23に示したイオンビーム法はガリウムイオンを数 kV~40kV で加速し集束させて試料に照射し、二次イオン像（SEM 像が見られる装置もある）で局所領域を観察しながら、試料を薄片化加工する。ガリウムイオンによる試料表面の損傷がさけられないので、低加速のイオンミリングで表面の損傷部分を削り取る処理が行われることがある

一方、生物試料でもコントラストがつきにくい試料であることは金属試料と同様であるが、金属試料と異なり、試料の損傷が起こる。この試料損傷は、電子線が試料を透過する時に、試料中に電子を発生させ（これを二次電子と呼ぶ）この電子により試料の損傷が起こると考えられるので、試料を薄くすることで、この損傷を防げることが予想された。このため試料を薄く切るためのマイクロームが開発された。ダイヤモンドナイフを用いて、試料を数10nm~100nmの厚さに連続的に切ることができる

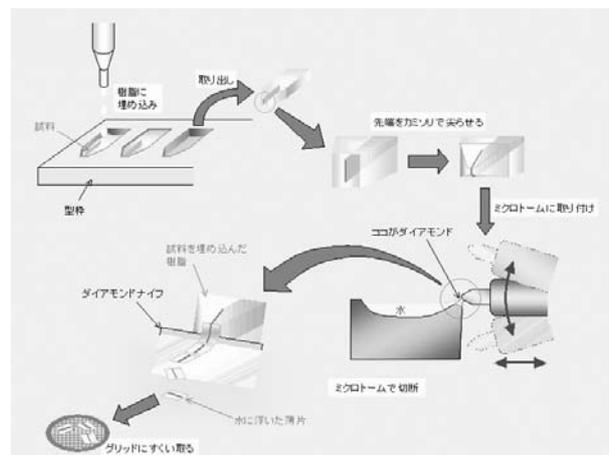


図4.24 ミクローム法

また、直接試料を観察せずにレプリカを作成して形状を見る方法も利用される。物体の表面に薄いプラスチックまたは無機材料の被膜を形成し、その後表面から取り去ることによって、表

面の凹凸を転写、複製したもの。回折格子の表面処理や試料表面の凹凸を観察するために利用される。

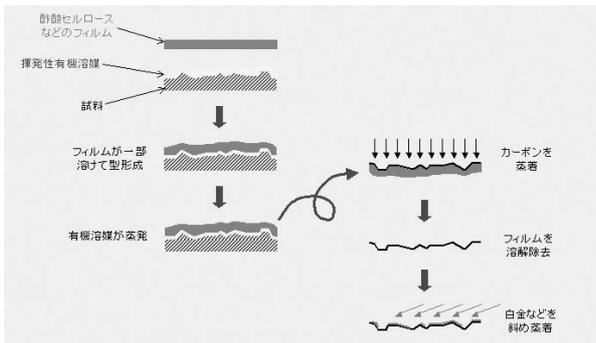


図4.25 レプリカ法

#### 参考文献

- (1) 日本電子 日本電子35年史p99 (1986)
- (2) 外村彰 電子顕微鏡技術p29 (1989)
- (3) 外村彰 電子顕微鏡技術p29 (1989)
- (4) 日本電子提供
- (5) 日本学術振興会第132委員会編 電子・イオンビームハンドブック第2版p63 (1986)
- (6) K.Ito Development of the Electron Microscope in Japan :Transactions of the Research Society of Japan p12
- (7) T.Mulvey (外村 彰訳) 電子線装置：20世紀の物理学の第20章 p324 (1996) (日本語訳は2000)
- (8) 外村彰 電子顕微鏡技術p91 (1989)
- (9) 日立ハイテクノロジーズ提供
- (10) 及川哲夫、森信文 電子顕微鏡Vol26No1. p89 (1991)
- (11) 日立ハイテクノロジーズ提供
- (12) 日立ハイテクノロジーズ提供

# 5 透過型電子顕微鏡の技術進歩と社会への貢献

## 5.1 透過型電子顕微鏡技術の特徴

透過型電子顕微鏡の性能向上と機能拡張は透過型電子顕微鏡が発明されてから70年近く経った今でも続いている。この70年間の装置の進歩により、「電子顕微鏡の像」を得ることは容易になった。しかし、得られた像が何を示しているのかを見出すことは、依然として科学知識と経験をもつ科学者や技術者にゆだねられている。また装置の性能向上に伴い、設置室の機械振動や、磁場強度等、電子顕微鏡の設置条件がますます厳しくなっている。このため、超高分解能の性能を有する装置を使用するためには建屋から建設することも日常的に行われている。

このように簡便に使用できる機械ではないにも関わらず、電子顕微鏡が21世紀の科学技術の発展に不可欠であるのは、原子や分子を直接観察したり分析したりできる能力と共に、観察する対象がひとつ見つければ、その対象物に関する知見が得られるという他の機器にない特徴があるからである。

これに対して汎用に利用されている分析機器では、試料として最低10mg程度の量が必要である。未知の物質についてこれだけの純粋の量を集めることは困難なことである。極微量分析で検出可能な最小の量は原子・分子の数にすると $10^6$ 個程度であり、表面分析で観測できる極表面でも $10^6$ 個程度の数の原子や分子が検出するために必要である。

このような特徴から多様なニーズにこたえるためには最先端の技術を要求される特殊用途の電子顕微鏡の開発が求められた。日立、日本電子の2社は、これらの電子顕微鏡の開発にも精力的に取り組んだ。ここで開発された技術が将来、主力の電子顕微鏡の機種に利用されるかどうかは現在わからないが、これらの電子顕微鏡を使って社会的に有用な結果が得られている。

## 5.2 科学技術への貢献

### 5-2-1 テレビ像が取れる電子顕微鏡による原子1個の観察

透過型電子顕微鏡により、世界的に重要な結果が得られた最初の成果は橋本初次郎等による原子像の観察である。電子顕微鏡で原子が直視できるかどうかは、当時の論争となっていたが、これは原子が直視できる

かの判断は電子顕微鏡像だけでは困難であったからである。なぜなら、電子顕微鏡の像のコントラストは試料内の物質の分布をそのまま反映しているとは限らないからで、このため電子顕微鏡像と電子回折像が同時に得られる装置が必要であった<sup>(1)</sup>。この電子顕微鏡では原子の像を得るためにテレビカメラが使われた。これは観察中に原子が動くとき画像には像のボケとして現れるためである。連続的に動画として像を得る技術はこれを期に研究用の装置に使用されている。

### 5-2-2 超高真空電子顕微鏡

最初の超高真空電子顕微鏡は東工大の八木、高柳等が日本電子の協力を得て開発をしたものである。表5.1に超高真空電子顕微鏡の開発経過を示す。

表5.1 超高真空電子顕微鏡の開発経過

1967	日立 New York Medical College より受注
1981	日本電子 1000KV 超高真空超高压電子顕微鏡(東工大)
1986	日本電子 200KV 超高真空電子顕微鏡
1988	日立 300KV 超高真空電子顕微鏡
1989	日立 350KV ホログラフィ電子顕微鏡
1996	日本電子 200KV 走査トンネル顕微鏡組込みの超高真空電子顕微鏡

1970年代に超高真空が作れる真空ポンプが低コストで使用できるようになり、物質の表面研究が盛んになった。産業界でも、製膜技術や表面処理技術の進歩により装置の軽薄短小が進んだ。このことが基礎的な物質表面の理解の必要性を高めた。表面の基礎的な研究では試料の表面が吸着分子等で汚れないことが必要である。通常の電子顕微鏡で使用する真空は $10^{-5}$ パスカル(P)程度である。この真空度では真空中に多数の気体の分子が存在しており、この分子が試料の表面に衝突して試料の表面に吸着すると数秒で試料の表面が覆われてしまうことになる。このため、電子顕微鏡の観察をする間、試料の表面を清浄に保とうとすると試料の表面が観察中に真空中の分子が付着しないですむ、 $10^{-8}$ P程度の真空度を持つ真空が必要となる。

物質の表層部や複数の物質の結合部である表面や界面は原子の並びがそこで途切れ、物質の内部(バルク)とは原子配列が変化するため物質の内部とは異なる性

質を示す。微細化が進む半導体エレクトロニクス的发展にはこのような特殊な構造・物性の研究領域である表面や界面の科学・物理の発展が必要である。情報技術のニーズに応じてハードディスク等の大容量化、高速化の実現に向けて電子デバイスのダウンサイジングが進んでいるが、サイズの縮小化に伴い物質を構成する表面や界面を構成する原子の占める割合は増加するため、その物性に及ぼす効果はますます重要となっている。

この超高真空電子顕微鏡により、得られた成果で顕著なものはシリコンの表面の構造が明らかになったことである。シリコンは酸素に酸化されて表面にシリコン酸化膜を生成する。当時は半導体デバイスの微細化が進展し材料としてのシリコンと他の金属との界面や酸化膜の特性を知ることが重要であった。このための基礎的な知見としてシリコンの表面の原子の配列と結晶構造の違いを知ることが必要であった。そのためにはシリコンの清浄な表面を観察することが必要であったが、シリコンは酸化されやすく、表面にすぐ酸化膜が出来た。このため電子顕微鏡を超高真空にして観察することが重要であった。この超高真空電子顕微鏡で得られた結果からシリコン表面では表面再構成が起こることが判明した。

図5.1に電子顕微鏡で得られたシリコン表面の透過電子回折像である。この像をフーリエ変換することにより表面の構造を推定する。この像から、一義的に構造は決まらないので、モデルを作って正しいかどうかの確認をする。図5.2に像から解析して得られたシリコン表面の構造を示した。この解析結果が正しいことの証明は走査型トンネル顕微鏡の観察から示された。図5.2の上の図で下の段がシリコンの内部の構造であり、その上の2層が表面の構造である。

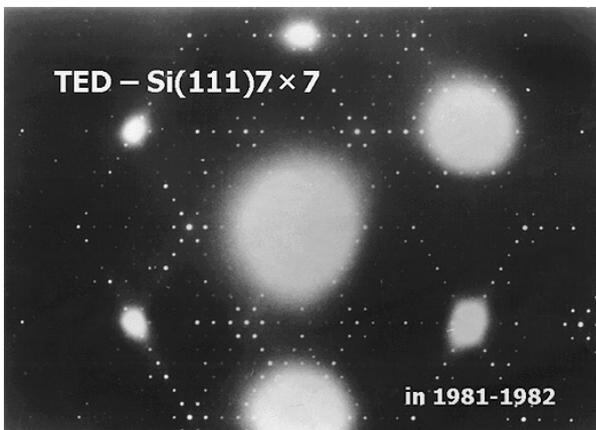


図5.1 超高真空電子顕微鏡で得られたシリコン表面の像<sup>(2)</sup>

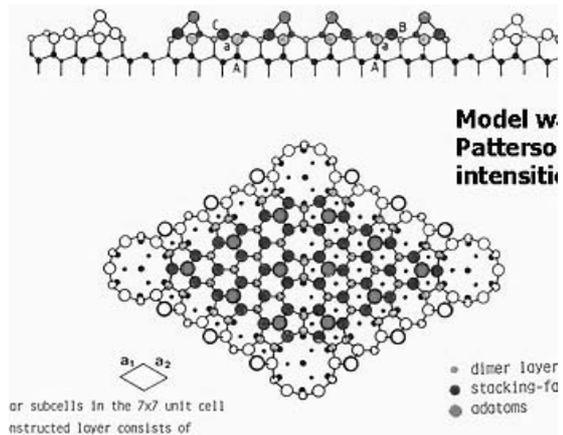


図5.2 電子顕微鏡の像をもとに解析されたシリコン表面のモデル<sup>(3)</sup>

### 5-2-3 電子干渉型（ホログラフィー）電子顕微鏡

波の性質である干渉性を利用して電子線ホログラフィーを実現する提案は1947年にガボールによって行われたことは2章で述べたが、その後の経過を表5.2に示す。

表5.2 電子干渉型電子顕微鏡の開発経過

1947	ガボール；電子線ホログラフィーの提案
1955	メーレンシュタット 電子線バイプリズム考案
1968	外村 電子線ホログラフィーの実証
1978	日立 電界放射型電子銃開発
1982	外村 アブラノフ。ボーム効果の検証
1989	日立 350KV ホログラフィー電子顕微鏡
1998	日立 1MV ホログラフィー電子顕微鏡

その後、1955年にメーレンシュタットが電子線バイプリズムを考案した。電子線バイプリズムは図5.2に示すように平行平板のアース電極の中央に細いフィラメントをはり、そこにプラスの電位を与えたものである。

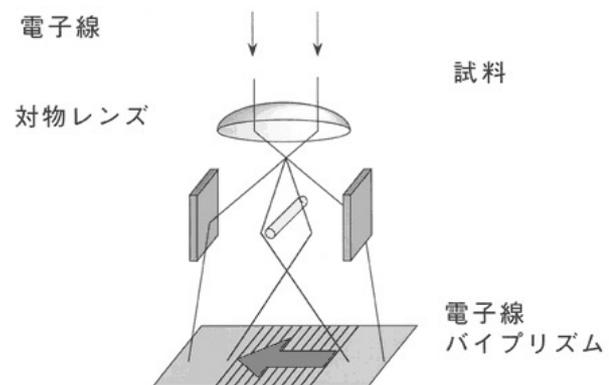


図5.3 電子線バイプリズム<sup>(4)</sup>

この電子線バイプリズムを用いて1968年に外村等をはじめ電子線ホログラフィー像を確認した。しかし、可干渉性のよい光源の必要性を感じて電界放射型の電子銃の開発に取り組み、1978年に干渉縞3000本の電子銃を開発、研究が本格的になる。1982年にこの装置を用いて超伝導体中に現れる磁束の最小単位である磁束量子の観察に世界で初めて成功した。この顕微鏡は分解能も得られやすく、1MVの超高压電子干渉型電子顕微鏡で現在、最高の分解能49.8pmを記録している。

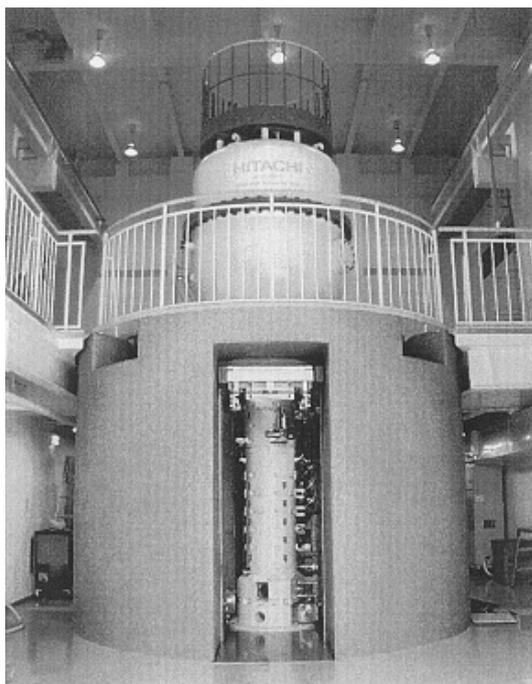


図5.4 電子干渉型電子顕微鏡（日立製作所製）<sup>(5)</sup>

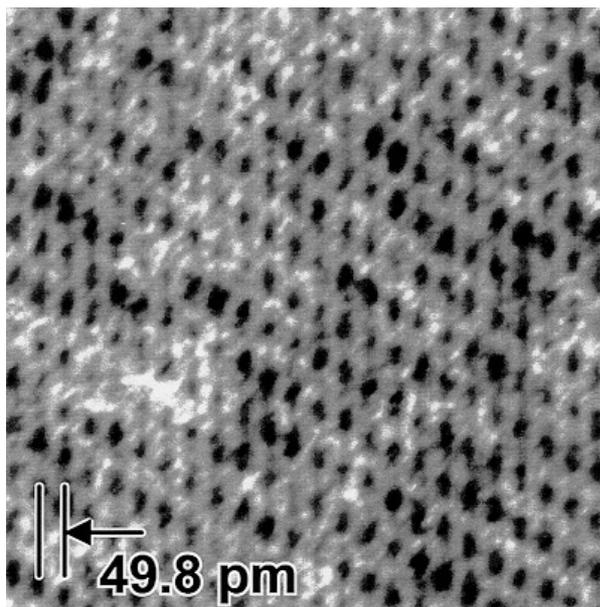


図5.5 電子顕微鏡で得られる現在の最高格子分解能<sup>(6)</sup>

### 5.3 産業活動への貢献

産業界への貢献に一番近い位置にいるのが超高压電子顕微鏡である。超高压電子顕微鏡の推移を表5.3に示す。

表5.3 超高压電子顕微鏡の推移

1941	RCA	300KV	試作
1954	日立	300KV	試作
1958	島津	300KV	
1964	日立	500KV	
1964	島津	500KV	
1968	日本電子	1000KV	
1969	日立	1000KV	1号機をドイツに出荷
1972	日立	3MV	
1982	日本電子	1000KV	原子直視超高压電子顕微鏡
1995	日立	3MV	世界最大超高压電子顕微鏡

透過型電子顕微鏡が市場にはじめて出たときから高压にすることは誰もが考えたことである。加速電圧で波長が決まり、それに付随する性質が決まるとなれば、加速電圧が高く、試料の損傷も少なくなる高压の電子顕微鏡が望まれるのは当然である。しかし、高压にすればそれだけ、大きくなるので、1968年に国産の1000KVの超高压電子顕微鏡が日本電子と日立で相次いで開発されて以来、通常、世界で稼動している約50台の超高压電子顕微鏡は1000KV（1MV）である。図5.7に最初の国産の超高压電子顕微鏡を示す。

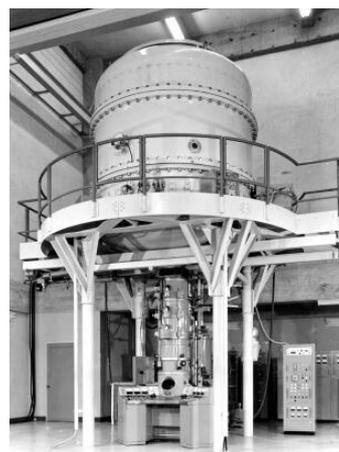


図5.6 最初の超高压電子顕微鏡（日本電子製）<sup>(7)</sup>

現在、稼動している超高压電子顕微鏡の中で最高の高压の顕微鏡は3MVであり大阪大学に設置されており、インターネット回線で海外の研究室から操作ができるようなシステム構成となっている。図5.7に示した。この高压電源については第4章で説明した。超高压

圧の電子顕微鏡は高さが10Mにもなり、機械振動等の防止から地面を数メートル掘り下げて防振台を設置しその上に電子顕微鏡を設置する。このため装置を設置するには建屋から建設する。超高圧の電子顕微鏡では顕微鏡から漏洩する可能性のあるX線等に配慮して、遠隔の操作等が出来る様になっている。



図5.7 阪大に設置されている超高圧電子顕微鏡（日立製作所製）<sup>(8)</sup>

表5.4 極低温電子顕微鏡の開発の推移

1941	RCA 300KV 試作
1974	500KV 極低温超高圧電子顕微鏡
1986	400KV 極低温電子顕微鏡
1994	300KV 電界放射型電子銃
2001	300KV オメガフィルター付き
	74年以降は日本電子

藤吉等はこの極低温電子顕微鏡で膜蛋白の構造解析を行っている。膜蛋白の解析では現在世界で5つの蛋白質の構造が解析されているが、このうちの4つが藤吉のグループで行われたものである。図5.9はその1つで、水だけを透過する蛋白質の構造を電子顕微鏡の像から解析した結果を示したものである。

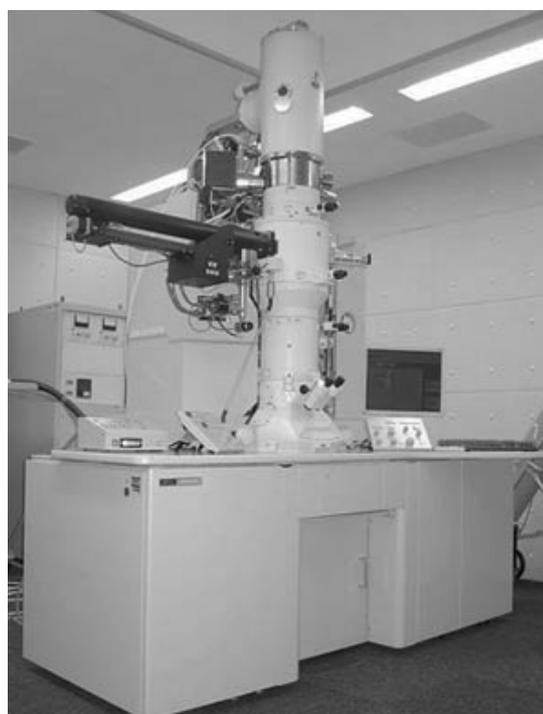


図5.8 極低温電子顕微鏡（日本電子製）<sup>(9)</sup>

## 5.4 社会生活への貢献

ウイルスの存在の確認が電子顕微鏡の開発を促進したのち、生物の観察は主に形状が中心であった。しかし1959年のワトソン、クリックのDNAの発見により、生物学の主流は分子生物学に移った。これに対応して電子顕微鏡の使い方も今までの使い方が減少し、原子・分子を基にした分子生物学にもとづいた電子顕微鏡の活用が増加している。この中で生物試料を極低温に冷やすと損傷が少なくなることを利用する極低温電子顕微鏡の製作を日本電子が行い、京都大学の藤吉を中心に開発されている。

極低温電子顕微鏡の開発の経過を表5.4に示す。

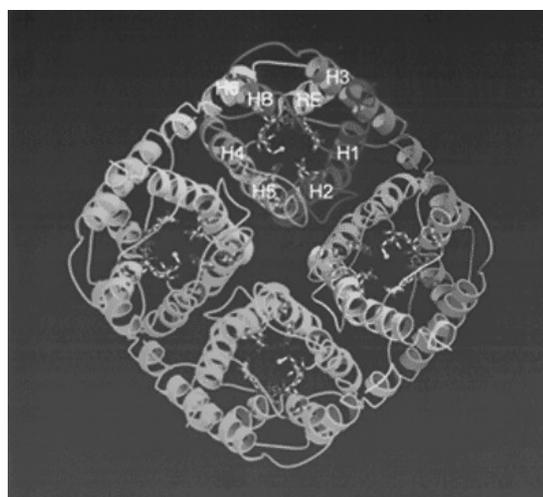


図5.9 極低温顕微鏡で得られた像から解析された水チャンネルの構造<sup>(10)</sup>

## 参考文献

- (1) 橋本初次郎 物理学会年会講演予稿集  
Vol37 No2 p41 (1982)
- (2) 高柳邦夫氏提供
- (3) 高柳邦夫氏提供
- (4) 日立製作所提供
- (5) 日立ハイテクノロジーズ提供
- (6) 日立ハイテクノロジーズ提供
- (7) 日本電子提供
- (8) 日立ハイテクノロジーズ提供
- (9) 日本電子提供
- (10) Y.Fujiyoshi et al : Current Opinion in Structural  
Biology, 12,p509 (2002)

## 6 | まとめと考察

18世紀の後半に病気の原因である細菌が光学顕微鏡で確認されたものの、19世紀の前半に流行したインフルエンザの病原であるウイルスを光学顕微鏡で見ることが出来なかった。光学顕微鏡で光の波長 ( $0.5 \mu$ ) より小さなウイルスを見ることが不可能であることは既に理論的にも解明されていた。一方、物理学の世界でも1920年代に量子力学が確立し電子に波としての性質があることがわかった。このような背景のもと、透過型電子顕微鏡の開発がドイツで始まり、ルスカにより試作機が1932年に完成した。しかしウイルスはおろか、生物をみることも出来なかった。ところが光学顕微鏡で使われる観察技術を利用して生物の観察が可能となることがわかり、商用機の開発が開始された。最初の商用機の開発でルスカは同時に2台の装置を平行して開発した。一台は開発の目標とする性能が得られることを検証するため、もう1台は観察の対象となる試料がみえるための観察技術を開発することに当てられた。この2台同時の開発はまことに当を得ている策であった。

日本では電子顕微鏡の試作機が開発されてから5年後の1937年に学術振興会に委員会が設置され、産学官の連携による開発が始まった。

1940年代の前半は第2次世界大戦があったが、電子顕微鏡の開発は続行された。しかし、戦後になって海外の情報が得られると既にドイツではシーメンス、米国ではRCAを筆頭に電子顕微鏡を市販していた。この時点において日本が電子顕微鏡の自主開発を続行したのは、技術導入や最新の電子顕微鏡を輸入することが困難だったことも一因である。1940年から50年代前半の電子顕微鏡の開発では現在から見ると電子顕微鏡の重要な要素技術（高圧安定化電源技術、真空技術等）も確立しておらず、このため様々な方法が試みられた。この中で、電子顕微鏡の性能を決めるレンズに磁場型のレンズを選択した企業が生き残った。戦後すぐ、日本にはRCAの電子顕微鏡が輸入されたが、日本の湿気のため高圧電源が昇圧できない、試料の交換のため大気になると電子顕微鏡の観察が可能な真空になるまでに一日以上かかる等、で使うのは大変だったこともあり、各社の開発意欲は衰えなかった。当時の大学では戦後まもなくということもあって、装置等の研究設備がなく、購入する資金もなかったため、大学と企業が共同で開発に当たることが多かった。電子顕微鏡で像をみたい生物学者とともに電子回折像をとることで

金属の性質を研究する物理学者や冶金の研究者が多かった。これは1928年に電子線回折に関する実験に成功して世界的に認められた菊池正士以来、電子回折の研究者が多かったことと、第2次世界大戦での敗戦の一因が劣悪な品質にあったという反省から高品質の材料を開発しようという機運が高かったためである。生物の像を観察するのと違い電子回折像を得るためには試料を傾斜させ、加熱する試料ステージや電子回折像を取るためのレンズも組みこむ必要があった。

1950年の半ばにシーメンスが分解能1nmを保証する装置の販売を始めた。この分解能はウイルス等の生物の形状の観察には充分の性能であった。しかし、結晶の原子の並び方（格子像）を観察するためには不十分であった。このシーメンスの装置は1nmの分解能を保証するために試料にあたる電子線を細く絞ることが出来る電子光学系（ダブルコンデンサーレンズ方式）等の新しい技術を採用していた。この装置で採用された新しい技術はその後の電子顕微鏡の基本となるものであり、当時の日本の電子顕微鏡の技術開発にあたる関係者に刺激を与えた。しかし、努力をすれば、最高の分解能の像をえるだけの力量が日本の企業にもついていて、この分解能にわずか2年で追いついた。

日立と日本電子は海外進出にも取り組み、海外の展示会にも電子顕微鏡の装置を持ち込んで実際に装置を動かしてPRをした。当時の装置はシーメンス製とはいえ、顕微鏡の像をとるためには電子顕微鏡の動作原理が理解できるオペレーターを必要とし、装置を常時稼働させるためにはやはり技術者を常駐させておくことが必要であった。このため、展示会で装置を動かすデモンストレーションは効果があった。日本の装置が輸出に成功したのは電子回折像が顕微鏡像と交互に取れるという特徴が認められたことが大きく、日本電子の装置が売れたフランスはヨーロッパで電子顕微鏡を開発していない国であり、原子力の利用に積極的な国であったため、高性能の金属の開発を必要としていたことが背景にあった。

1960年代になると電子顕微鏡を製造していた電機メーカーは、電子顕微鏡よりも大きな市場が期待できる機器を優先することになり、より高分解能の電子顕微鏡の開発に資金をつぎ込むか否かの判断に迫られた。このため、最初に電子顕微鏡の装置を販売したシーメンスや米国の主力メーカーのRCAは電子顕微鏡の市場から撤退し、しばらくしてオランダのフィリップス

と日本の日立、日本電子の3社が市場の9割を占めるようになった。装置の製造では磁界型レンズに使う磁性材料を初めとして高品質の材料の入手が可能となり、電子回路も真空管から半導体に代替されて、装置の安定性が増し、稼働率が向上した。分解能の競争とともに超高圧の電子顕微鏡の開発競争も行われた。このなかで、500KVの電子顕微鏡の開発でつまずいた島津製作所が市場から撤退した<sup>(1)</sup>。1000KVの電子顕微鏡が稼働を始める一方、分解能が原子1個を見える領域まで達した。

しかし1000KVの電子顕微鏡は3階建ての建物が必要であり、普通の建物に入る高圧の電子顕微鏡として1970年代に入り、汎用型を目指した200KVの装置の開発が進んだ。200KVの装置は性能の向上や機能の拡張が求められたのに対して、100KVの電子顕微鏡は生物試料に使用されることが多く、操作性の向上が要求された。70年代には半導体からICへの代替が始まり、マイクロコンピュータが登場したが、このマイクロコンピュータを利用して磁場レンズの強度を自動的に制御することが可能となり、操作性が改善される。これをきっかけに装置の操作性が段々と改善されていった。1970年代の最後になって電子顕微鏡の開発以来使用していたタングステンフィラメントによる熱電子銃に代わり、ランタンヘキサボライト結晶を使用したラブロク(LaB<sub>6</sub>)電子銃が開発される。この電子銃はタングステンよりも輝度が10倍とれたので、試料から出てくる蛍光X線の強度が強まり、容易に検出可能となった。

80年代に入ると生物系の試料と高分子の試料は100KV、金属や半導体の試料では200KVから更に、300K,400KVの電子顕微鏡で観察されるようになった。特に半導体の試料では断面の形状の観察と膜の構造の評価に元素分析の機能が必要であった。このため、分析電子顕微鏡というタイプの装置が現れた。分析用には試料にあたる電子線を細く絞れたほうがいため、電子光学系の改良が進み、より高輝度の電子銃として電界放射型電子銃が開発された。真空ポンプもイオンポンプが標準に搭載されるようになった。大学の最先端の研究用に超高真空電子顕微鏡と極低温電子顕微鏡が開発された。装置の制御のためのコンピュータの利用は進んだものの、分析電子顕微鏡を構成する重要な要素である元素分析装置部分が3社とも自社開発できず、分析装置のみを既納装置にも取り付けられるポテンシャルをもつ海外メーカーへの依存となったために、統一的なシステムを構築することが出来なかった。80年代にはまた60年代に納入された超高圧電子顕微鏡の後継機の開発では、回路のIC化とコンピュータ制御

の導入、真空系の改良等の要素技術が一新された。

90年代になって、電界放射型電子銃が標準搭載されるようになり、装置の操作も、コンピュータから制御できる装置が登場した。半導体の断面構造の観察等で試料の作成に使用するフォーカスドイオン照射装置が試料作成のために開発された。フィリップス社からは元素分析装置等を一体化して、1箇所からすべて操作ができ、オペレーターの負担を軽減できる装置が登場した。90年代の後半に6極子レンズを組み合わせて球面収差が取り除けることが可能であることが示され、この無収差光学系により、分解能が一段と向上した。しかし、この技術が汎用機に入るのは2000年代になってからである。

以上、透過型電子顕微鏡の開発から商品化そしてその後の展開についてまとめた。これをもとにして、1930年から始まり現在に至る透過型電子顕微鏡の歴史を技術の系統化という観点から考察した。

電子顕微鏡が世間に認められたのはルスカ等の開発の成功と生物試料の観察である。従来、無理ではないかと思われていた生物試料の観察が可能なことを装置の完成とほぼ時を同じくして示すことが出来たのは最初の開発時に装置を2台試作したことである。1台を装置の性能と機能の開発にあて、1台を観察技術の開発に当てることが出来たため、試料を観察するために必要な機能を開発中に組み込むことが出来た。もし1台の試作のみであると、目標の仕様を得るための装置を開発できても、観察したい試料がすぐに観察できることは出来ないことが多いからである。

このルスカの成功を受けて、日本でも開発が開始され、世界に誇れる現在の電子顕微鏡となった要因について、当初の開発の中に2つの成功につながる要因があった。第1は技術導入をしないで日本独自の開発をしたことである。通常、新しい装置の開発では、基本的な仕様を実現するための物理法則がわかっていることだけでなく、設計をして実際のものとして実現するための設計理論や、それに基づく計算手法が必要である。電子顕微鏡の開発では日本が開発を開始した時期に既に基本的な仕様を実現するための物理的法則がわかっていたため、試行錯誤をする必要がなかったことと技術導入をせずに自主開発としたために、結果として設計に関しては初めから基礎を積み上げることが出来たことである。このため、その後の海外トップメーカーとの競争で、差を付けられなかったことが挙げられる。第2の要因は、日本の開発が当初から学術審議会の37委員会を中心にして行われ大学の学者と企業の技術者の連携があり、しかもそれぞれの役割分担が出来たこと

である。このため、大学に電子顕微鏡の設計理論や計算の知識とノウハウが蓄積され、この蓄積が日立や日本電子のその後の躍進を推進することとなった。

電子顕微鏡が開発されてからの20年は日本の電子顕微鏡は世界の技術を追いつくのがやっとだったが1970年代に転機が来る。この要因は2つ考えられる。一つは電子顕微鏡を開発製造するメーカーの特徴にある。電子顕微鏡の開発企業はドイツのシーメンス、米国のRCA,GE 日本でも、日立、東芝、島津、等ほとんど電機機器メーカーであったが、これは電子顕微鏡のキー技術が当初は高圧安定化電源であり、この技術を外部から調達することが難しかったことによる。市場競争が始まってからの20年で世界市場ではメーカーが絞られ、日本でも市場から撤退するメーカーはあったものの、日立と日本電子が海外のトップ企業と技術的に肩を並べるところまで来た。丁度その時期に、先進国に高度大衆化社会が到来して家庭電気製品の市場が急拡大し、半導体産業が勃興した。既に、電子顕微鏡の分解能は生物試料の形状を見るのには充分であったこともあり、原子1個を見るというニーズは科学的なものに留まると判断した多くの電機メーカーは電子顕微鏡の市場よりもより大きな市場である産業用機器や家庭用電気製品等の開発に注力するため、電子顕微鏡の市場から撤退した。第2の要因は技術的に優れた素材や部品の調達に関することである。透過型電子顕微鏡は汎用のものでも部品点数が数万点に及ぶ。これらのすべてを一メーカーで内製することは出来ないで、この中で多数の部品を外部から調達する必要がある。電子顕微鏡に必要な均一性等の高品質を要する構造材料や線材、高性能の電子部品の調達が国内で出来たことが品質だけでなくコスト面でも日本の電子顕微鏡を世界的な競争力ある製品にした。このような背景に支

えられ、日立と日本電子の躍進が始まる。この要因は本文で述べたように、第1は分解能の開発競争でトップにたったことと、第2は生物系の試料を観察する市場と共に材料系の試料を観察する市場が拡大したが、材料系の市場では像の観察だけでなく、結晶構造や元素の分析等が必要で、これらの機能を付加した分析用電子顕微鏡で日本のメーカーが優位に立てたことである。

透過型電子顕微鏡が開発から今まで70年近く、基礎科学の研究に使用されているのは、20世紀の初頭に確立した量子力学に基づく原子、分子に基づく物質理解が根底にあるからである。特に固体の性質が変化するといわれる、10nm程度以下の物質（例えば超微粒子）の性質を解明するために、既存の分析機器では少なくとも1mg程度の純粋な物質を用意する必要があるのに対して、電子顕微鏡では研究対象とする物質が一つ見つければ観察や分析ができ、原子や分子の像やその配列が直接観察できるという他の分析機器には無い2つの特徴があるからである。21世紀入っても電子顕微鏡は実用化が期待されるナノテクノロジーの研究開発に不可欠の分析評価用装置として位置づけられている。今後も日本の優位を維持するために、ナノテクテクノロジーを初めとする基礎的な研究で求められる装置を産学の連携により積極的に開発することが必要である。このような開発を通して汎用の次世代機種は技術となりうる新技術をいち早く習得することが可能となり日本の競争優位を保つことになると思える。

#### 参考文献

- (1) 真壁英樹「島津分析機器 ひと・物がたり」p41  
島津アドコム（2006）

## 謝辞

「電子顕微鏡技術発展の系統化調査」を実施するにあたり下記の方々に資料の提供やインタビュー等でご協力頂いたので、ここに深く感謝を申し上げます。

東京大学	朝倉健太郎氏
東京工業大学	高柳邦夫氏
名古屋大学	西川輝昭氏
日立ハイテクノロジーズ	柿林博司氏
日本電子	伊藤一男、及川哲夫、新井善博、新川隆朗氏

この調査を進めるにあたり、ここのエピソードとは別に電子顕微鏡の歴史に関して参考とした書誌を参考文献として下記に列挙する。

20世紀の物理学編集委員会編 20世紀の物理学：日本版 丸善（1999）第20章 電子線装置  
オリジナルは L M Broun A. Pais, Sir B. Pippard Twentieth Century Physics（1995）  
Tom. Mulvey Advances in Imaging and Electron Physics Vol96（1996）  
朝倉健太郎、安達公一 電子顕微鏡をつくった人々 医学出版センター（1989）  
加藤勝美 日立の頭脳 講談社（1991）  
日立計測器事業部 日立電子顕微鏡の半世紀 非売品（1997）  
外村彰 電子顕微鏡技術 丸善（1989）  
風戸健二 よぉーし電子顕微鏡で行くぞ（上）近代文芸社（1997）  
日本電子35年史 非売品（1986）  
真壁英樹 「島津分析機器 ひと・物がたり」 島津アドコム（2006）  
日本分析機器工業会 工業会40周年記念誌 非売品（2001）  
上田良治編 実験物理学講座23「電子顕微鏡」 共立出版（1982）

## 添付資料

1. 技術の系統化図
2. 年表
3. 用語集

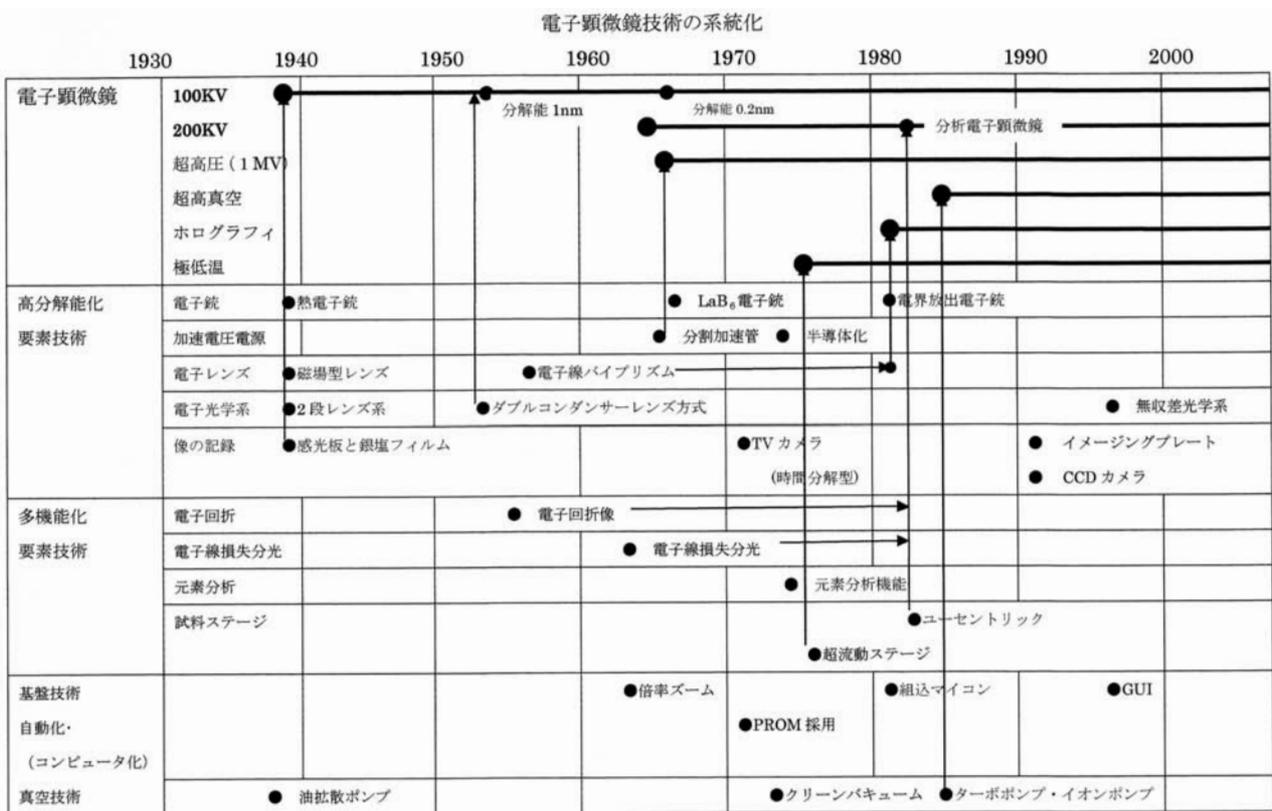
## 登録候補一覧

番号	名称	資料形態	所在地	制作者	製作年	選定理由
1	電子顕微鏡	実機	名古屋大学	日立製作所	1942	日本で最初の顕微鏡
2	電子顕微鏡	実機(一部)	日本電子	電子科学	1947	初期の商用電子顕微鏡
3	設計ノート	実物	日本電子	伊藤一夫	1946	初期の自主開発の記録

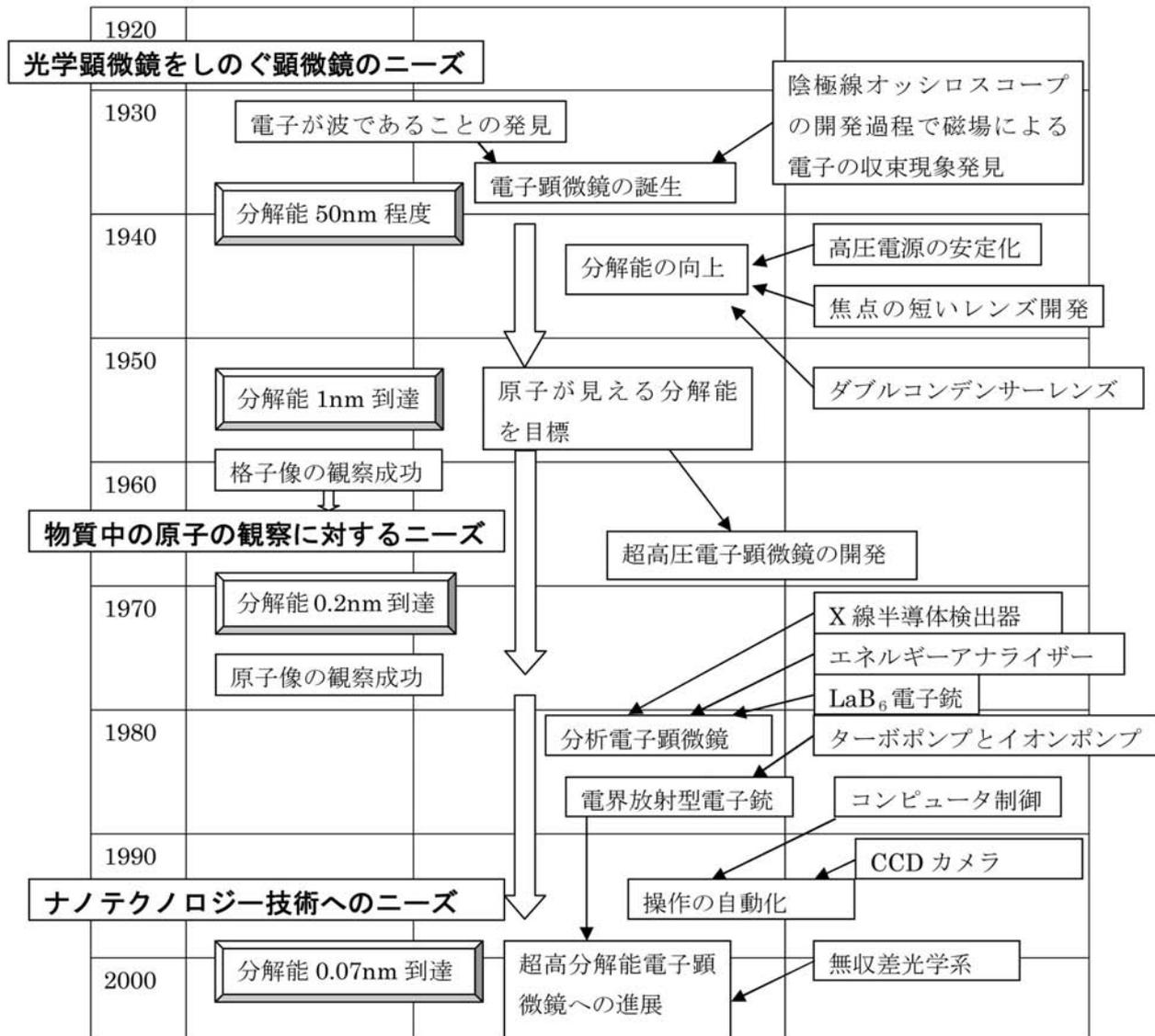
### 系統化図表に関する説明

系統化図表は「主力装置の機種の変移」を中心とした図表と基本性能である分解能を中心とした図表の他、「装置の進歩」を主とした図表、「観察装置からの分析装置」への変化を主とした図表、「光学顕微鏡から電子顕微鏡へ」の推移を示した図表を示した。現在の透過型電子顕微鏡は最高の加速度が100KVの生物用と200KV以上の分析用の2機種に大別されるが、技術的に最先端をいく顕微鏡として超高圧電子顕微鏡、超高真空電子顕微鏡、極低温電子顕微鏡がある。この5種類を中心に纏めたものが「主力装置の推移」の図表である。電子顕微鏡の技術発展の中の機種とはなっていない。歴史的な評価はまだ出来ないで、これは「装置の進歩」として図表化した。電子顕微鏡は第1に目に見えるものを拡大してみる観察装置であるが、原子や分子を識別する分析装置として活用されている。この様な観点で図表化したものが「観察装置から分析装置へ」である。

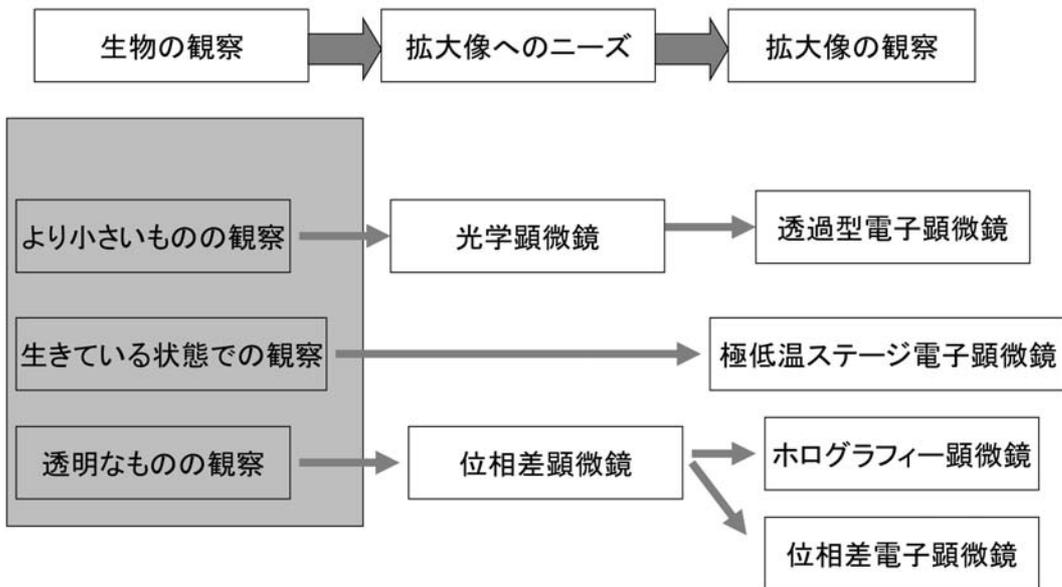
付属資料1 系統化図表



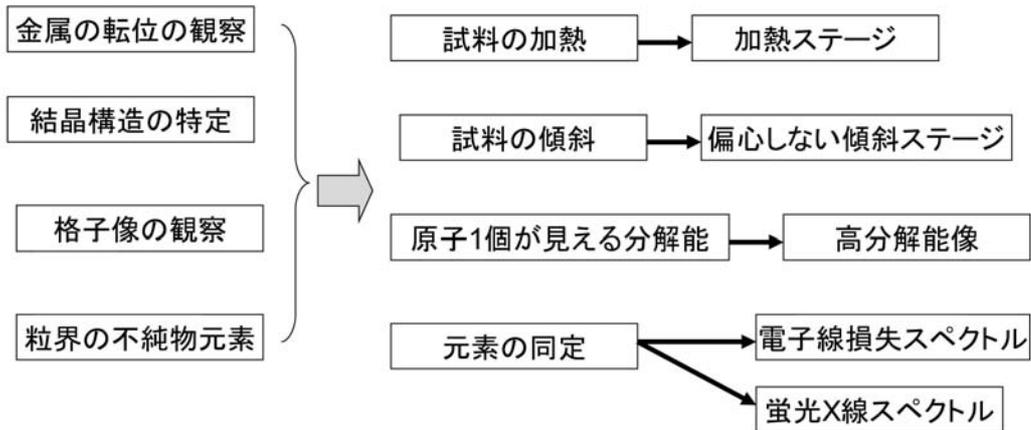
電子顕微鏡の性能向上



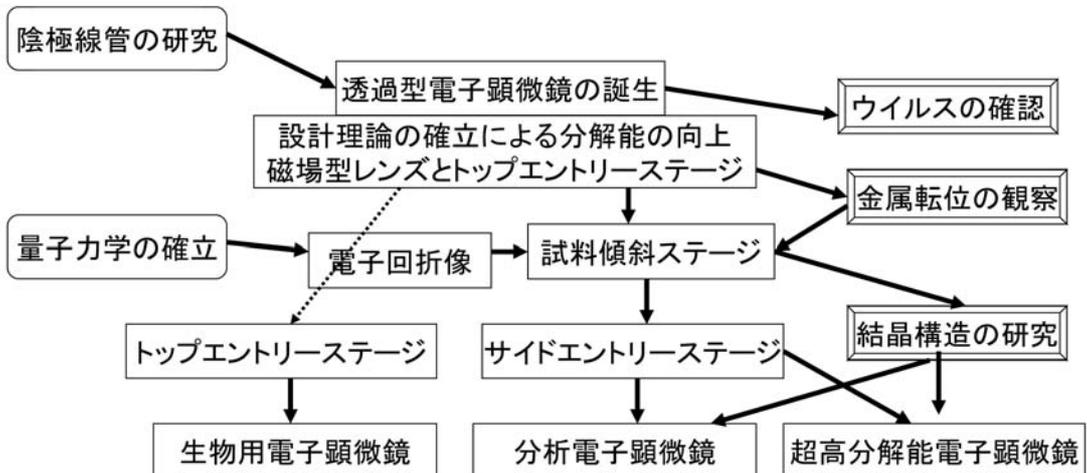
付属資料2 光学顕微鏡から電子顕微鏡へ



付属資料3 光観察装置から分析装置へ



付属資料4 装置の進歩



付属資料5 透過型電子顕微鏡の年表

1930～40 年代	1932	最初の電子顕微鏡の試作	ルスカによる
	1939	電子顕微鏡の最初商用機	ルスカ等によりドイツのシーメンス社で製作される。
	1940	日立製作所：HU-1	横置き型
	1942	日立製作所：HU-2	50KV 5nm
	1947	島津製作所：SM-1A	50KV
	1949	日本電子：JEM-1	50KV 倒立型
50年代	1951	日立製作所：HS-2	[50KV 普及型]
	1951	日本電子：JEM-4A	[50KV 電子回折]
	1953	日立製作所：HU-9	[100kV 3nm]
	1953	明石製作所：SUM-80	[80KV 5nm]
	1954	日立製作所	300KV バンデグラフ型
	1955	島津製作所	200KV 5nm
	1955	日立製作所	無電撃電子銃ダブルコンデンサー
	1955	日本電子	100KV 1nm 10万倍
	1958	日立製作所	50KV 全電子レンズの永久磁石励磁
	1958	島津製作所	300KV 2nm
60年代	1961	日本電子：JEM-6A	100KV 0.8nm
	1961	明石製作所：TRS-6A	50KV 1.5nm 高性能高圧安定化回路
	1961	日立製作所：HU-11A	125KV 試料観察多様化、試料傾斜 TV 式
	1964	日本電子：JEM-7	電磁軸合わせと非点補正
		日立製作所：HU-500	[500KV] 10 段分割加速管、CW 昇圧
	1966	島津製作所	500KV 0.69nm
		日立製作所：HU-200	汎用機最高加速電圧
		日本電子：JEM-1000	1000KV
	1967	日本電子：JEM-200	
	1968	日本電子：JEM-100B	100KV 0.2nm 分子像 撮影
1969	日立製作所：HU-1000	30 段分割加速管	
70年代	1970	日立製作所：HU-12	125KV 0.3nm 倍率ズーム方式
		日立製作所：HU-3000	3000KV
		明石製作所：S-500	100KV 0.3nm Sゾーンレンズ
	1975	日立製作所：H-500	125KV スポットスキャン TEM 付属
		日立製作所：H-700	200KV 6段加速
	1976	日本電子：JEM-100CX	100KV クリーンバキューム

	1978	フィリップス：EM-400 日本電子：JEM-200CX	100KV 0.5nm PROM でデジタル制御 200KV 装置の高さ 2.64m
	1979	日立製作所：100KV	トータル分析電顕、Lab <sub>6</sub> 電子銃、マイコン搭載
80年代	1980	明石製作所：LEM-2000	電子顕微鏡と光学顕微鏡を一体化
	1981	日立製作所；(H-1250S)	[1250KV 0.16nm]
	1981	日本電子：JEM-1200EX	[120KV 3群6段結像レンズ系採用]
	1981	日本電子 ：JEM-ARM1000	[1000KV 原子直視超高压電子顕微鏡]
	1982	日立製作所：H-800	[5段結像レンズ系、像無回転拡大]
	1982	日立製作所：走査透過電子顕微鏡 (H-1250ST)	[1250KV 電界放出型電子銃搭載可能]
	1983	日立製作所：H-600FE	[100KV 電界放出型電子銃使用]
	1983	明石製作所：EM-002A	[画期的な低収差対物レンズ]
	1983	フィリップス：EM 420 STEM 日本電子：JEM-2000FX	[120KV、総合分析電子顕微鏡]
	1984	日本電子：JEM-4000EX 日立製作所：H-7000	[200KV、極微少プローブ照射系採用] [400KV]、
	1985	日本電子：JEM-2000FXV	[像無回転拡大と像任意回転]
	1986	日本電子：JEM-2000FXV	超高真空電子顕微鏡
	1986	明石製作所：EM-002B	超伝導レンズ採用
	1986	日本電子：JEM-4000SFX	[200KV、分析 TEM]
	1987	日立製作所：UHV-H-9000	400KV、極低温顕微鏡
	1988	日立製作所：H-8000	超高真空試料室
	1988	日本電子：JEM-2010	200KV、高分解能、高精度分析電子顕微鏡
	1989	日立製作所：HF-2000	200KV、0.2nm、最小ビーム径 1nm
	1989		200KV 電界放出型電子銃
90年代	1990	日本電子：JEM-3010 日本電子：JEM-1210	300KV、 チップオン試料ホルダ,32ビット CPU 制御
	1991	日本電子：JEM-1010	100KV、汎用
	1993	日本電子：JEM-3000F 日本電子：JEM-2010F	300KV、電界放出型電子銃 200KV、電界放出型電子銃
	1994	トプコン：EM-002BF	電界放出型超高分解能分析電子顕微鏡
	1995	日立製作所：H-3000	3000KV、超高压電子顕微鏡
	1995	日本電子：JEM-1220	高コントラスト対物レンズ、GUI 環境とマウス操作 PC 搭載電子顕微鏡

	1996	日立製作所 : H-7500	400KV、高分解能ゴニオメーター
	1996	日本電子 : JEM4010	極低温試料ステージ
	1996	日本電子 : JEM-3000SFF	300KV、電界放出型電子銃
	1996	日立製作所 : HF-3000	1250KV、0.1nm
	1997	日本電子 : JEM-ARM1250	200KV、エネルギーフィルター内蔵結像系
	1998	日本電子 : JEM-2010FEF	100KV、液晶ディスプレイ、外部制御
	1998	日本電子 : JEM-1230	周辺機器を一体化したフルデジタル
	1998	フィリップス : Tecnai シリーズ	
2000 年以降	2000	日立ハイテク : HD2000	200KV STEM 専用機
	2001	日本電子 : JEM-3100FFF	300KV Ωフィルター付 FEG
	2003	日本電子 : JEM-2100F	200KV Cs コレクター搭載可能
	2006	日立ハイテク : HD2700	200KV Cs コレクター付 STEM 専用機
		日本電子 : JEM1400	120KV 最新 GUI 搭載
	2007	日立ハイテク : HF3300	300KV 電子線ホログラフィ搭載可能

## 付属資料3 関連用語集

### 球面収差

物面の光軸上の点から光軸と傾いて出射した電子線がレンズの周辺部を通ると、理想的な像面で光軸上に来ず、光軸からずれた位置（電子顕微鏡の場合は少し手前（レンズ側））に来るために、円状のぼけた像を作る収差。対物レンズの収差のうちで最も重要な収差。

### 色収差

入射電子線や試料を透過した電子線のエネルギー（波長）が様々な要因で拡がり（幅）を持つと、レンズでの屈折角度が波長によって異なるため、結像の際、像がぼけること。電子線のエネルギーの拡がり、加速電圧の不安定、電子銃からの放出電子の初速度のばらつき、ベルシュ効果や、レンズコイルの励磁電流の変動による焦点距離の変動などで起きる。

### 対物レンズ

試料を出射した電子で結像するための初段のレンズ。結像レンズ系の中で最も重要なレンズであり、対物レンズの性能が像の質（分解能、コントラストなど）を、ほぼ決める。良い対物レンズとは球面収差係数と色収差係数が小さいレンズである。これらの値を小さくするにはポールピースの穴径を小さくすることと、上極と下極の距離を短くすることが必要である。両極の間には通常サイドエントリータイプの試料ホルダが入るので、距離を短くするには限度がある。トップエントリータイプのホルダに対しては上極の穴径が下極の穴径より大きい非対称なポールピースが使われる。

### 中間レンズ

対物レンズと投影レンズの間にあるレンズ。励磁電流を調整して中間レンズの焦点距離を変えて、対物レンズによって作られる回折図形またはTEM像に焦点を合わせて、それらを拡大し投影レンズの物面にそれらの像を作る。通常、中間レンズは3段構成で、1段目は主に焦点合わせに、2段目は像の拡大に、3段目は主に無回転像を作るために使われる。中間レンズの倍率は～0.5～100倍。倍率100倍のときの内訳は1段目4～5倍、2段目～10倍、3段目2～3倍

### 像回転

透過電子顕微鏡で像の倍率を変えると像が回転する現象を指す。像が回転すると観察したい場所が動き観察に不便なので、これを防ぐために、像の回転が打ち消されるように励磁の方向が逆の二つのレンズを組み合わせるかあるいは最小になるようにレンズ設計がされている。

### 球面収差補正装置

負の球面収差係数を作り出し、磁界軸対称レンズである対物レンズ、コンデンサーレンズの正の球面収差係数を打ち消す装置。1) 極性が反対の2個の六極子とそれらを繋ぐトランスファーレンズから成り、六極子で負の球面収差係数を作り出す。第一の六極子で作られる不用な3回対称のビームの歪みは第二の六極子によって取り除かれる。2) 八極子と四極子の組み合わせた素子を3対用意し、第一の素子でX方向に負の球面収差を発生させ、第二の素子でY方向に、第三の素子でそれらの中間方向に負の球面収差を発生させる。対物レンズの球面収差の補正により高いTEM像分解能、コンデンサーレンズの球面収差の補正により、より小さく高強度のプロープが得られ、より高分解能のHAADF像、一原子列からの元素分析ができる。

### 結像レンズ系

対物/中間/投影レンズを指す。各レンズの励磁電流を調整することにより、各種の収差を抑え、像回転を除くなどして、低倍（～50倍）から高倍（～150万倍）までの像が得られる。第一中間レンズの焦点を変えることで回折図形が得られる。

## 回折限界

光学系に収差が無い場合の集光限界。電子波には回折現象があるので、収差がない光学系においても、物体の一点から出射した電子波は像面で無限小の一点には集まらず、有限の大きさ（エアリーディスク）までにしか集光できない。エアリーディスクの大きさは電子線の開き角に依存し、開き角を大きくするとエアリーディスクは小さくなるが、透過型電子顕微鏡で実現できる開き角は $<10\text{-}2\text{rad}$ である。この集光限界のために理想レンズでも点分解能は無限に小さくはならない。

## 位相版

波の位相に変化を与える板。吸収の少ないカーボン薄膜を、その内部ポテンシャルによって $1/4$ 波長だけ位相を変えるような厚さに調整し、透過波以外の散乱波に入れ、透過波と干渉させて物体の位相変化を強度の変化にして可視化する（ゼルニケ位相コントラスト）電子顕微鏡が作られている。とくに小さい空間周波数の領域（実空間では長距離の領域）の干渉性が改善されるので、生体などの試料に高いコントラストを与えるのに有効。空間分解能は $0.5\text{nm}$ 程度。

## 透過能

電子線が物質を透過する能力のこと。100kVの電子線は約100nmの透過能がある。加速電圧が高くなると透過能は増すが、相対論効果によって飽和する。1000kVでは100kVの3.3倍くらいの透過能になる。透過能は吸収係数の逆数で表わされる。透過電子顕微鏡の場合、対物鏡に入らない電子は吸収されたとみなされる。高角に散乱される弾性散乱も吸収とみなされる。非弾性散乱のうち、プラズモン散乱は、エネルギー変化は大きい（ $\sim 15\text{eV}$ ）、 $10\text{-}3\text{rad}$ くらいに散乱され絞りの中に入ることが多いので、吸収とはみなさないこともある。熱散漫散乱は、エネルギー変化は小さい（ $0.1\text{eV}$ ）、高角に散乱されるので吸収となる。これらの平均自由行程は数100nmで弾性散乱の平均自由行程の10倍程度である。内殻電子励起は、エネルギー変化は数10eV以上と大きい、散乱断面積がさらに小さい（平均自由行程が大きい）

## 電子の波長

電子の波長はド・ブロイの与えた運動量と波長の関係を用いて計算される。電子顕微鏡で使われている加速電圧に対する電子の波長は次のとおりである。100kVで $0.0037\text{nm}$ 、200kVで $0.00251\text{nm}$ 、300kVで $0.00197\text{nm}$ 、400kVで $0.00164\text{nm}$ 、1000kVで $0.00087\text{nm}$

## 試料ドリフト

ゴニオメータ、試料ホルダなどの熱的、機械的安定度に起因する試料移動（量）。高分解能観察や微小領域の分析に重要な因子である。 $\sim 1\text{nm}/\text{min}$ に抑えられている

## 蛍光板

TEM像、回折図形等を可視化するための道具。電子の衝突により塗布された蛍光物質が励起され、放出された可視光が電子の強度に対応した明暗を作る。蛍光物質としては、マトリックスのZnS（硫化亜鉛）にCu（銅）、Al（アルミニウム）、Eu（ユウロピウム）などが添加されたものが用いられている。発光率が高く残光が $\sim 100\text{ms}$ のものが選ばれる。蛍光板はビームのシャッターをかねており、像等は蛍光板を跳ね上げて撮影する

## イメージングプレート

X線、電子線、中性子線による励起で蛍光を発する現象を利用した積分型の二次元検出器。輝尽性発光体（Eu）の微結晶をプラスチックフィルムに塗布したものである。感度の直線性が優れている。記録できる面積は約 $80 \times 100\text{mm}$ でダイナミックレンジ5~6桁と、共に大きい。露光されたイメージングプレートにHe-Neレーザを照射し、発光する青色光を光電子増倍管で電気信号に変えて記録された画像を読み出す。光電子増倍管1本では5桁のダイナミックレンジしかカバーできないので、最新の読み出し機では半導体検出器と組み合わせて6桁をカバーしている。大きいダイナミックレンジを有効に活用できるかどうかは、信号の読み出し機の性能に依存している。また

位置分解能（画素サイズ）も読み出し機の性能によって15～50  $\mu\text{m}$ と変わる。階調は最大20ビット。大きな面積を必要とする低倍のTEM像や大きなダイナミックレンジを持つ回折図形の記録に有利である。CCDに比べると、オフライン利用に限定されるのが不利な点である。

### CCD（シーシーディー）

電子線やX線の2次元のデジタル強度記録媒体として利用される高感度の光電変換用の半導体素子。光を照射して半導体表面の空乏領域（ポテンシャル井戸）に電荷を蓄積し、表面を通して隣接する井戸にこの電荷を伝達し、電気信号として外部に取り出す。電子線の検出には、蛍光材料、YAG結晶等によって電子の強度を光に変換してからCCDに露光する。CCDには暗電流があるので、それを抑えるために冷却して使用する（ペルチェ冷却で $-30^{\circ}\text{C}$ ）。空間分解能（画素サイズ）14ミクロン(光用には7ミクロンもある)で $\sim 3\text{cm}$ 平方のCCD（2Kx2K）が一般的。イメージングプレートに比べると、ダイナミックレンジは4桁、階調は16ビットと小さいが、オンラインで利用できることがイメージングプレートにない最大の利点である。高分解能像取得のためのスロースキャンCCDカメラやWDSの分光用の検出器に用いられる。さらに大きな面積のCCD（4Kx4K）の使用へと移行しつつある

### イオンスパッタリング

イオン化して加速した原子や分子を固体表面に衝突させることにより、固体表面から固体材料が飛び出してくる現象のこと。成膜(固体表面上への薄膜の形成)や、試料加工に用いられる。成膜の際には、容器中に正負の電極を置いて電界をかけ、陰極側の金属を陽極側に飛散させて、基板に付着させる

### イオンミリング

電解研磨法や化学研磨法などで試料作製が行えない場合に使われる試料作製法。特に断面観察用の試料作製に用いられる。2～10kVで加速したアルゴンイオンビームで入射角  $10^{\circ}$  以下のすれすれ入射で試料を照射し、表面原子を削り薄膜化する。イオンビームによる試料損傷がさけられないのが欠点。市販の装置では倍率数十倍の光学顕微鏡または CCD カメラで試料の状態を観察できるようになっている

### 化学研磨

半導体や無機化合物の試料作製に使われる方法。強酸や強アルカリを基本にした研磨液に試料を浸して試料表面を平滑に保ちながら薄膜化する。機械的なひずみを与えずに試料作製ができるのが利点。普通は選択的な溶解（エッチング）が起きないような研磨液が使われるが、半導体多層膜の特定の層を観察するときには、その層を残してほかの層を溶かすような溶液が使われる。

### 機械研磨

試料の物理的研磨。耐水ペーパーを使った手作業での研磨（ $\rightarrow \sim 100$ ミクロン）、回転研磨器を使ったダイヤモンド粉やコランダムによる研磨（ $\rightarrow \sim$ 数10ミクロン）、ディンプルグラインダを使ったコランダム粉による研磨（ $\rightarrow < 10$ ミクロン）、トライポットポリッシャを使ったダイヤモンド粉による研磨（ $\rightarrow < 10$ ミクロン）などがある

本報告書は平成19年度科学研究費補助金特定領域研究『日本の技術革新—経験蓄積と知識基盤化—』  
計画研究「産業技術史資料に基づいた日本の技術革新に関する研究」(17074009)の研究成果である。

## 国立科学博物館 技術の系統化調査報告 第11集

---

平成20(2008)年3月19日

- 編集 独立行政法人 国立科学博物館  
産業技術史資料情報センター  
(担当:コーディネイト・エディット 永田 宇征、エディット 大倉敏彦・久保田稔男)
- 発行 独立行政法人 国立科学博物館  
〒110-8718 東京都台東区上野公園 7-20  
TEL: 03-3822-0111
- デザイン・印刷 株式会社ジェイ・スパーク