

Title	超高電圧電子顕微鏡用液体ヘリウム使用資料冷却装置の試作
Author(s)	桐谷, 道雄
Citation	大阪大学低温センターだより. 1974, 5, p. 4-7
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/10612
rights	
Note	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

「超高電圧電子顕微鏡用液体ヘリウム 使用試料冷却装置の試作」

基礎工学部 桐谷道雄

技術の急速な進歩は電子顕微鏡を昔の光学顕微鏡と大差のない気軽さで使用できるまでに普及させてきた。全くの素人でも数日の見習いで、やさしい対象物なら立派な記録写真がとれるのである。しかし電子顕微鏡を単に物を拡大して観察する道具と考える時代はとうに過ぎ去っているのである。性能が向上するに従いその応用の範囲と奥行きはますます拡がり、それと同時に電子顕微鏡そのものもその使用方法も多様化して来ている。電子回折との併用は常識となって久しいが、走査型電顕への移行やX線分析との組合せなどにみられる電子線に関連した物理現象との組合せによる応用などがその例である。他方試料を観察する状態そのものも目的に応じて多様化し、試料の加熱、冷却、変形またはこれらの組合せ、はては大気圧試料室など色々な試料処理装置が要求されている。大阪大学に昨年世界最大の超大型電子顕微鏡HU-2000(最高電子加速電圧3000kV)が設備されたのと並行して超高電圧電子顕微鏡室は種々の試料処理装置の開発に取り組んできたが、その内一つの重要課題である液体ヘリウム温度まで試料を冷却できる装置の試作をほぼ完了したのでその大略をお話ししよう。

まず要求される装置の性能をひろってみると、

- 1) 試料温度は液体ヘリウム温度の数度以内に近づき得ること。
- 2) 最低温度から室温までの任意の点に温度が安定に設定できること。
- 3) 試料の傾きが全方位に少なくとも10度はスムーズに変化できること。
- 4) 試料の平面移動がX-Y方向に電子顕微鏡的尺度でスムーズに行なえること。
- 5) 試料のドリフトは $10\text{\AA}/\text{s}$ 以内となること。
- 6) 液の振動、突沸による試料の振動が殆んどないこと。
- 7) 液体ヘリウムが目的の実験の達成に充分なだけ持続すること、および消費量が全体として阪大の現供給量でまかなえること。

などであるが、これを

- イ) 直径12cm、深さ7cmの挿針型の対物レンズホルダー開口部の下端に試料位置があり。
- ロ) 上部は既存の試料室と試料着脱操作の都合上6cm以上はのばせず。
- ハ) その外側を15cmの厚さのX線シールド鉛ブロックで囲まれた直径45cmの真空鏡体内に、設置するという小細工のサーカスを行うわけである。

約半年にわたる設計の推敲の後試作されたのが図1の断面図、図2の上面図にみられるものである。

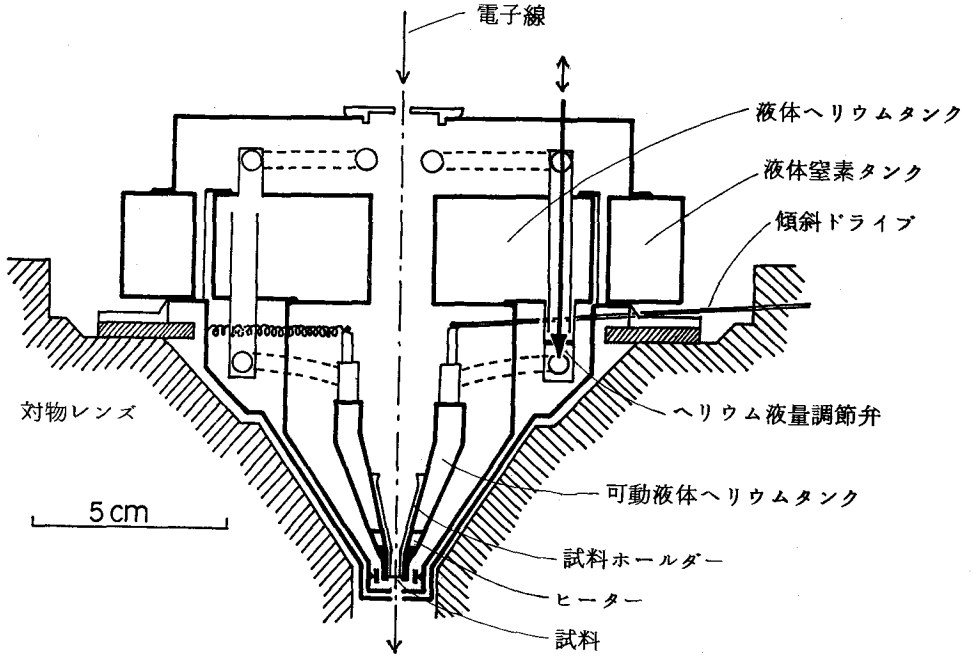


図 1

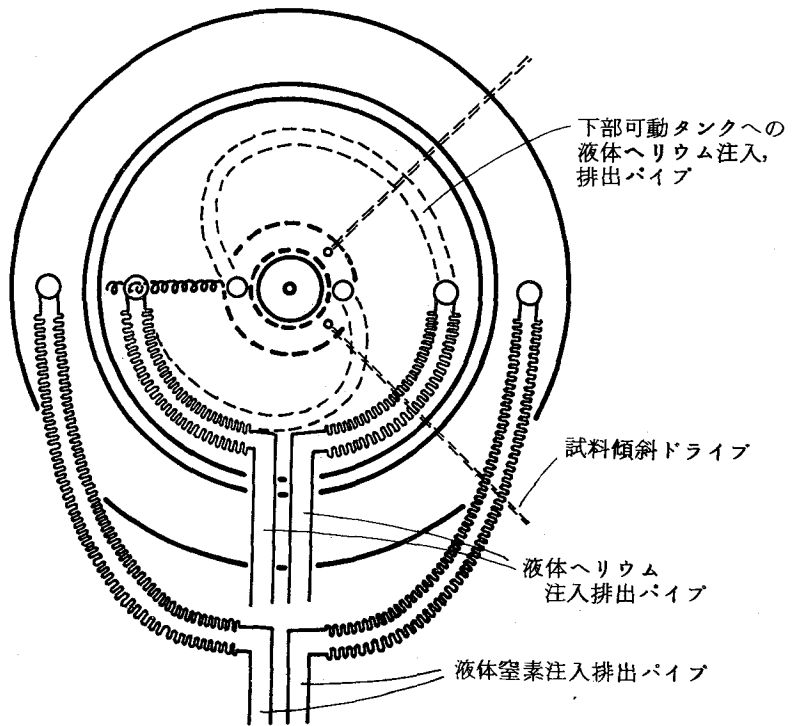


図 2

約150ccのドーナツ形液体窒素タンクとこれに連結した挿鉢形の液体窒素温度熱シールドの内側に、上部にやはりドーナツ形の約150ccの固定液体ヘリウムタンクがあり、これから伝導によるHe温度シールドがやはり挿鉢型に下っている。固定ヘリウムタンクから下部の中空円錐型試料挿入部ヘリウムタンク（仮に可動タンクと呼ぼう）に液が連絡する構造になっている。可動タンクはそのほぼ下端の試料位置でX-Y-Z方向のピンでHe温度伝導シールドに支えられていて、試料の上下位置を保つたまま全方向に傾斜できる構造になっている。ここでは温度の問題に限って工夫された二三の点を列記してみよう。

- 1) 液体ヘリウムの消費量を少なくすると共に蒸発による振動などを抑えるため、液体窒素タンクおよび液体ヘリウムタンクからの伝導によるシールドをもうけた。
- 2) 装置全体は電子顕微鏡本体の試料微動皿にナイフエッジで支えられていることをはじめとして、接触部を極力少なくし、熱流入を少なくした。
- 3) 装置各部の温度勾配とその変化による試料位置のドリフトを最小にすべく、出来るかぎり対称性を保つた構造とした。
- 4) 温度コントロールは主として可動タンク先端の約20Ωのヒーターで行うが、この際必要に応じて上部タンクからの液の侵入を止めるバルブが外部から操作できることと、外部からヘリウムタンクに温ヘリウムガスを注入できる構造になっている。
- 5) 液体ヘリウムの注入は電顕外部から装置の直上まで挿入されたトランスファーチューブで行われる。トランスファーチューブは先端約30cmが内管径3mm、外管径5mmの細型で自家製であるが十分に使用にたえている。
- 6) 試料は銅製のコンカルキャップの先端に接着し、コンカルのテーパ部分にIn-Gaを塗布して可動タンク内に挿入し、温度が下ると固化によりタンクに接着する。
- 7) 試料温度は上記銅製キャップの先端に溶接した極細熱電対で行なう。この他装置の各所につけた熱電対で各液の量や温度の監視と制御を行なう。
- 8) 上部の固定ヘリウムタンクと可動タンクの連結は、熱絶縁と可動にする目的から細いベローズを半円形に彎曲されたもの二本で行ない、液の注入とガス排出用とする。

可動部分を直径80cmもある鏡体外部からスムーズに再現性を持ってドライブすることや、細かい溶接部分の多い装置の真空もれが絶対にゆるされないことなどで苦労を重ねた結果、現在十分に使用に堪えるものが試作品として完成している。その性能の二三の要点を述べよう。

- 1) 液体ヘリウム温度まで冷却するのに必要な液体ヘリウム量：700cc。
- 2) 液体ヘリウム濃度持続のための液体使用量：He600cc/h，窒素300cc/h。このヘリウム使用量は某メーカーが低温専用で試料室まで設計製作した高価なものよりすぐれている。
- 3) 温度設定：液体ヘリウム温度から室温まで連続可変で、温度変化に要する時間は、昇温の場合

10 min/50 K, 降温の場合数分。

4) 温度安定度: 各温度で±1度以内。

5) 安定時の試料ドリフト: 各温度で $15 \overset{\circ}{\text{A}}/\text{s}$ 以内。

現状の電子顕微鏡メーカーは自ら改良進歩させつつある電顕にふさわしい附属装置を開発するだけの余裕を持っていない。この状況のもとで本装置は日立製作所中研の石川潔氏を主とする附属装置グループとの共同開発によるものであり、装置の開発は具体的目的を持ったものが携わった場合にのみ完成するという一つの例である。筆者自身は結晶の構造欠陥の基礎的性質を知ることが主目的としてこの装置の開発に当たってきたもので、この装置の完成により20年来論争の中心となってきた点欠陥特に格子間原子の問題を一挙に解決するつもりである。しかしこれは低温装置のわづか一つの応用例であり、あらゆる専門分野を網羅した大阪大学ではこの3000kV 超大型電子顕微鏡と液体ヘリウム温度試料装置の組合せが生み出せるものは計り知れない筈である。今まで電子顕微鏡を使った経験のない方々からもどしどしアイデアが出されることを希望している。相談は気軽に豊中地区内線2365桐谷まで。

この装置の開発には工学部の角田直人君と筆者の研究室の吉田直亮君が携わっていることを附記する。

第 11 回 低 温 研 究 会

11月10日(土)に第11回低温研究会が開かれ、工学部を中心に22名の参加者があった。当日の講演者と講演題目は次の通り。

三石明善氏(阪大工・応物)“研究室紹介”と題し、赤外分光、ラマン分光を手段として主として格子振動の研究の紹介があった。

馬揚彬暢氏(鈴木商館・開発部)“小型冷凍機(クライオダイナ)の応用”と題し、小型冷凍機の原理とその分光測定等への応用の話があった。