The University of Osaka
Institutional Knowledge Archive

Title	超高電圧電子顕微鏡によって開かれた新しい研究分野
Author(s)	藤田, 広志
Citation	大阪大学低温センターだより. 1976, 16, p. 1-4
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/5202
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

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

The University of Osaka

研究ノート

超高電圧電子顕微鏡によって開かれた新しい研究分野

超高電圧電子顕微鏡センター
藤　田　広　志　（吹田 4131）

現在世界各地には阪大および仏のツールースの3MV電顕を最高として加速電圧1MV級の電顕が既に30台以上も設置され，我が国でも0.5MV以上の電顕は17台もあります。しかもこれら電顕の設置は，1965年に我が国で初めてこの種の電顕の画期的効用が見出されて以来ですから，約10ケ年の間に急速に発展したものであり，現在も1MV級以上の電顕の設置を急いでいる箇所は多数あります。そこでこの際，何故このように電圧の高い電顕が要求されるのかについて述べてみたいと思います。

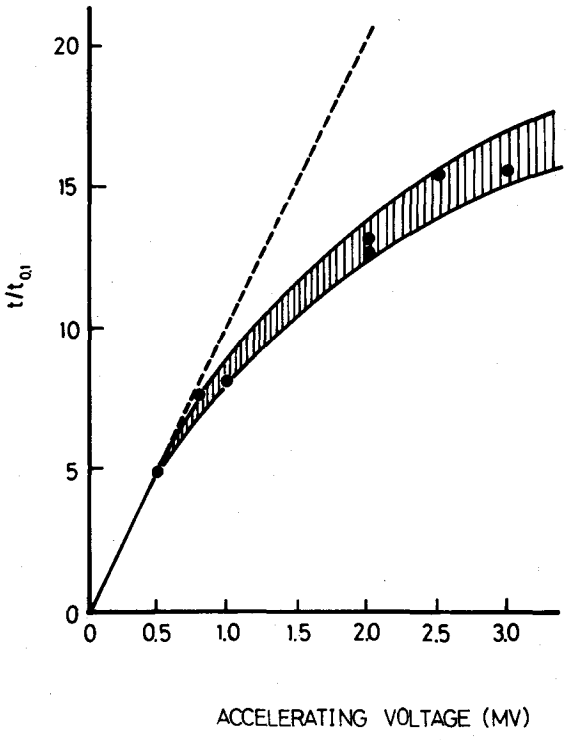
ご承知のように，電顕法では分解能の高いこと以外に，制限視野回折法を用いて1 μm^2 またはそれ以下の細かい領域での結晶構造に関する情報が容易に得られるという大きい特徴をもっています。そのためにこの方法は現在自然科学の研究には必須の手法として殆んどの分野で広く用いられています。しかし一方では，電子線の物質を透過する力が弱いために，通常用いられている0.1MV級電顕で物を観察するためには試料を非常に薄くする必要があります。ところが，材料の性質はその厚さが薄くなると著しく変化して，極端な場合には全く異なった性質を示すことがあります。そのために，材料本来の性質を電顕下で再現することが不能となる場合が多く，特に材料の動的性質については全く異なったものしか観察できません。このような電顕法の欠点を除去するためには，できる限り厚い試料を観察できる電顕が望ましいわけです。この目的には電圧を上げることが最も効果的であり，そこで登場したのがいわゆる高電圧または超高電圧電顕です。

そこでまず，どの程度の厚さになると材料本来の性質を示すかといいますと，私達の調べた結果，試料の条件によっても可成りの幅はありますが，何れの場合にも約3 μm の厚さが必要といえます。このことを逆にいえば，どのような材料についても約3 μm 厚さ以上のものが観察できる電顕があれば，それを用いて電顕内で材料本来の諸現象を直接再現させ，それら現象の過程を超ミクロの尺度で，しかも局所的な電子線回折をとりながら動的に研究することが可能となり，正に画期的な自然科学の研究手段が確立されることになります。それを可能にしたのが超高電圧電顕なのです。

では，どの程度の電圧になるとどの程度の厚さの試料が観察できるかと申しますと，当初予想されていた値よりは遙かに厚い試料が観察できることが実証されました。その理由は，電圧を上げるにつれて同一場所で同時に励起される反射の数が増加することから，電圧の高いほど大きい対物絞りが使用できることによります。図1はこの手法で私達がAl，18−8 不銹鋼，Fe，Cu，Mo，W，Au など多くの材料について測定した観察可能な試料厚さと加速電圧の関係で，縦軸の値は各電圧で観察できる厚さ(t)が0.1MV電顕でのそれ（$t_{0.1}$）の何倍となるかを示してあります。この図で判るように，0.5MVまでは電圧に比例して観察可能な試料厚さは増加しますが，0.6〜0.7MVから次第にこの比例関係からず

れてくる。しかし3MVでは0.1MVの15倍も厚い試料が使用できることが判ります。実用的には，この3MVでよく焼鈍したAlだと25μm，Ag，W，Auのように原子番号の大きい材料でも前述の材料本来の性質を示す臨界の厚さ2～3μm厚さの試料が使用できることになります。したがって3MV級の電顕では，原理的には電顕内で総ての物質について種々の条件下で起るあらゆる現象の過程を詳細に，しかも連続的に研究することができることになります。

では現実にこのような3MV級電顕でどのような研究がなされているかについて触れてみましょう。そこでまず考えねばならないことは，上述のことから判るように，超高電圧電顕だけでは単に厚い試料が観察できるだけで，この電顕の効用を有効に利用するためには電顕内で種々の条件を現出できるいわゆる電顕内試料処理装置の開発が必要条件です。私達の3MV級電顕は電顕自体にも色々と工夫をこらして現時点で世界最高電圧の高性能電顕ですが，それにも増して各国から注目されているのは上述の試料処理装置の開発です。例えば加熱装置では最高約2000℃まで，冷却装置では最低液体He温度まで試料温度を変化させることができます。しかも，これらの装置は総て万能傾斜皿（一種のゴニオメーター）に装着されるばかりか，そのように広い温度範囲で種々の加工などの処理ができるし，場合によっては種々の雰囲気（液体を含む）中で処理できる装置もほぼ完成されています。また電顕像の記録にしても，単に写真フィルムだけに頼るのではなく，TVカメラとVTR録画を組合せて一コマ1/30秒で連続的に記録されています（表紙の写真はこの一例です）。以下はこれらの装置を使って行った研究の一例です。



第1図　各電圧で観察可能な試料の最大厚さの電圧依存性，図で縦軸に0.1MV電顕でのものに対する比を，横軸に加速電圧を示してある。

1. 種々の金属の塑性変形と転位群の挙動

材料の種類としてはAlからWまでほとんどの材料で，結晶方位，不純物原子の影響，結晶粒界と

か積層欠陥エネルギーの影響などの試料条件のほかに，変形温度とか変形速度などの加工条件も広範に変化させて，材料の機械的性質と転位群の挙動について動的に研究しています。これらの結果，材料の降伏点における転位の活動とか増殖過程，変形に伴う加工硬化の原因，変形の不均一性の原因，破壊の過程などで次々と新しい事実が見出されています。またこの範疇に属するものに交番応力下の転位の挙動の研究がありますが，これによって従来その原因が判らなかったバウシンガー効果とか疲労の本質が明らかにされつつあります。

2. 温度に関係する諸現象

これに属するものは，単に試料の温度を変化させればよい関係上，比較的容易に行うことができます。例えば，回復とか再結晶，析出とか規則格子の形成などの相変態，マルテンサイト変態，種々の点欠陥の挙動，超伝導性に及ぼす転位などの格子欠陥の影響などの研究が行われています。またこの方法では，1 μm またそれ以下の尺度での拡散速度の決定とか，それに及ぼす格子欠陥の影響，さらに粉体の焼結機構の解明などにも威力を発揮して，この分野でも次々と新しい事実が実証されています。

3. 雰囲気試料筒とその応用

我々が日常経験している現象には大気圧またはそれ以上の圧力の雰囲気で起る現象が色々とありますが，そのような現象を電顕内で再現させるためには薄膜で作ったカプセル状のものの中に試料を入れ，それにガスとか液体を循環させることが必要です。ところが一般に使用されている0.1ＭＶ級電顕では，数気圧に耐えるこのカプセル用の薄膜で電子線が散乱されてしまって中の試料を観察することができませんでした。この点で3ＭＶ級電顕の電子線の強い透過力は非常に優利で，現在数気圧に耐え，しかも雰囲気中で試料温度を－１００℃～１０００℃と広範に変えられる試料筒を開発しています。

この試料筒を用いますと，真空中でCu とか不銹鋼などを加熱した際に試料表面が蒸発によって損傷をうけることも不活性ガスを流すことによって容易に抑えることができます。また固体 ── 液体 ── 気体間の化学反応の過程を研究することもできますし，固体の溶解とか結晶成長の研究にも威力を発揮します。

またこの範疇の分野としては，金属の液体構造の決定とか，溶解前後の格子欠陥の性質など，興味深い結果が既に得られています。

4. 電子線照射損傷の研究とその応用

この分野も，超高電圧電顕の出現によって従来より遙かに精度の高い研究がなされています。今までに確かめた結果では，

a) 損傷によって形成される点欠陥（Frenkel pair）の量は結晶での反射強度に強く依存して，反射指数の高くなるほど少なくなり，また同一反射では反射条件からはずれるほど減少する。

b) 同一反射でも，結晶中を電子線が透過する方向によって形成される点欠陥の割合は変化する。

c) 系統的な同時反射の起っている場合には，電子線が特に異常透過する反射群の対称中心で最も

損傷が著しく起る。

などの新しい事実が見出されています。これらの現象は電圧が高くなると結晶中で電子線の粒子性が強くなることと対応していますが，この電子線の粒子性についても興味ある事実が見出されています。

最近では，この照射損傷の現象を利用して，侵入型原子および格子空孔の移動エネルギーの精確な決定，異種原子の局所的な濃度とか拡散速度の決定，原子炉材料で問題となっているスウェリングと転位との関係，転位の運動にともなう点欠陥の生成など，他の方法では困難な研究が次々と進められています。

以上はほとんど結晶性物質での研究でしたが，生物試料とか高分子材料での研究も興味深く，超高電顕は自然科学の研究には正に電顕法の新しい夜明けと呼ぶにふさわしい効用を発揮しており，今後ともより新しい研究分野が次々と開発されて行くことでしょう。