

## 卷 頭 言

— 退 官 記 念 講 演 要 旨 —

## 電子顕微鏡による金属の研究

谷 安 正

過去約 37 年にわたる東大における研究生活を省みて話すべき何物をも持たないことにいまさらながらに気付いて恥入る次第であります。自分が多小なりともたずさわってきた分野について思い出話というか進歩の跡をたどると申しますかただ漫然とお話する次第です。

わたくしが *dislocation* を中心とする結晶欠陥の物理学に手を染めたり、また電子顕微鏡に関して細々ながら研究らしいものを続けてきた関係から上記の標題をえらんだわけであります。

今から約 30 年以前金属のじりよこのじりに伴う硬化(歪硬化)について興味をもち初めました。その際じり面中の原子がどんな運動をするかを考えてみました。じりに伴ってじり面を境として右半分の原子は左半分の部分に対し一つの平衡点から次の平衡点へ移動するわけですが移動に際しては恐らく数原子間にわたる結晶の乱れが生じなければならぬでしょう。当時わたくしはこの乱れは結晶面に沿うて一方から順次他方に抜けきってしまうか、あるいは結晶粒界とか不純物原子に出合っその動きが止められるかするであろう。そしてその結果じりを阻止するような応力が結晶内で働いて歪硬化が起るといふ以上を考えがおよびませんでした。そしてこの考えにもとづいて金属の *ultimate tensile strength* およびその温度による変化を計算してみましたところ大体実験値と一致したのですが、今から省みますと到らぬ点が多くなつて恥しい仕事であります。その後 1934 年この結晶のしわが準安定な状態で結晶内に存在し得るといふ仮定いよゆる *Dislocation Theory* が G. I. Taylor によつて提唱されました。そしてそれ以来数多くの研究結果、結晶のすべての塑性がこの理論にもとづいて説明できることが明らかになり、さらに 1947 年以後 Bristol 大学の Mott 教授一派の優秀な研究者達や米国の Seitz などがこの研究に参加するに至つて *dislocation* の発生とか、その挙動などについて物理学的に説明が与えられたのであります。

話が大本題から外れましたが、約 30 年前頃は結晶の塑性をしらべるもっとも直接的の方法は、じりが結晶表面を抜けた跡であるじり帯の構造の研究でありました。この 1 例として挙げられることは 30 年前、山口珪二博士がじり面の構造をし細に観察され、じり面の終端が *bend* してそこに応力が集中し、その結果歪硬化が起ることを明らかにされておりますが、これは塑性論に対す

る大きな寄与をなしているのであります。そのほかにわれわれが一つのじり帯として見ているものが果して 1 本であるか、あるいはいくつかの断層が段々になっているものかということが問題でありました。これを判定するには光学顕微鏡の分解能は余りにも低いので、これをもってしてはどうにもならない有様でありました。ところがその折に現われたのが電子顕微鏡でした。

電子顕微鏡の出現に対する原理的基礎はすでに 1927 年に出来上つていたといつてよいでしょう。すなわち 1924 年電子は光と同じく波動性をもつこと、さらに 1927 年 Bush によつて回転対称な電場あるいは磁場は電子ビームに対しレンズ作用をもつことが明らかにされるに至り、電子を用いて物体の像をつくる可能性が明らかにされ、かつ数百 volt 以上に加速した電子では波長が  $1 \text{ \AA}$  以下であることから、きわめて小さい分解能を得ることの可能性がわかつたわけでありました。しかしこの顕微鏡が光学顕微鏡よりはるかに優れたものになるまでには、それより 11 年もの歳月を要したのであります。すなわち 1931 年 Siemens の Ruska が 1931 年電子顕微鏡の製造に着手し、不屈の努力の末 Borries の協力のもとに 1938 年光学顕微鏡より分解能の高い電子顕微鏡の完成に成功したのであります。このときの分解能は恐らく  $150 \text{ \AA}$  より大きくなかつたかと思つて 1938 年  $100 \text{ \AA}$  以下のものをつくつております。

わたくし自身のことを申し上げて恐縮ですが、前に申しましたように金属の塑性研究に対する電子顕微鏡の必要性を痛感していたものですから、1936 年頃から電顕をつくらうと決心してぼつぼつ勉強し始めました。Ruska のつくつているものは磁界型でありましたが、わたくしは製作の容易さから静電型の製作を企てました。レンズの計算などを終つて 1939 年設計に取りかかり、1940 年どうやら出来上りましたが予期通りの結果が得られない。あちらを直しこちらを直しようやく光学顕微鏡では判別できないものをぼんやりながら視ることのできるようになったのが戦争に入つてからでした。話が横道にそれますが、これより前 1939 年先の所長瀬藤教授を委員長とする電子顕微鏡総合研究班が日本學術振興会特別小委員会として設置せられ、それまでに日本の各研究者がばらばらに手をつけていた電子顕微鏡関係の仕事を統一的に進めて行くことになり、わたくしもその一員として驥尾に付して来たのであります。この総合研究班結成以来

本邦における研究が著しく進歩したのであります。そして熾烈な戦争中および戦後の混乱期においてもこの研究委員会が引続き開催されておりました。これはまったく瀬藤先生の力強い指導力によるものであります。そして本邦における電子顕微鏡が世界に誇ることができるようになるまで発達し得たことは、ひとえにこの時期に根ざしているといつてよいのであります。またわたくしが1950年パリにおける国際電子顕微鏡会議において本邦の電顕に関する研究を紹介いたしました際にも、東洋の一角にこのような盛んな研究グループの存在することに驚異を与えた次第です。とは申しながら他面本邦の研究には基礎的な面でも応用的な面でもいまだ至らぬ点のあることも判明し、本邦の研究班としては閉じこめられた世界から明るみに出たような感を抱いたわけです。これを期としてわれわれの研究は急速に進歩し、それに伴って本邦の電子顕微鏡も著しく改善され現在世界的名声を博するまでに至ったのであります。

現在世界における電子顕微鏡の最優秀なものと言えばドイツの Siemens 製のものとそれに肩を並べる本邦製のものとされているが、共に分解能は  $10\text{\AA}$  以下で中には  $5\text{\AA}$  と思われるものもつくられております。これらの顕微鏡は attachment は別として 1939 年の Siemens 製のものとは本質的な相違はない。レンズの収差が格別低下しているわけではなく、画期的な改良が加えられているということもない。しかも分解能はほとんど一桁下っている。これはまったく工作の改善とか misalignment の修正とか材料の選択と一つ一つの改善の結果 step by step に進歩した結果にほかならないのであります。改善すべき点は今もなお多く残されております。たとえば分解能向上に対してもっとも大きい問題は試料の動きを  $2\text{\AA}$  以下にすることであり、電子線が試料に当たるとそれが熱せられこれに伴って試料保持装置も熱せられる。材料加熱が均一ならばよいがそうでない必ず試料の移動を生じます。この移動を一原子間隔程度以下にするという話ですからきわめて困難なわけであり、

attachment といたしまして視野を直径  $1\mu$  範囲に制限して、結晶のごく狭い一部の電子回折像を撮ることができる回折装置があります。現在本邦製のものは例外なし

にこの装置をつけておりますが、外国製のものではこれのないものも相当あるところを見ますと、電子顕微鏡に対する見解が日本では割合に進んでいるのではないかと思います。

なお高温における試料の変態を撮影のための加熱装置とか、電子照射による試料の温度上昇を防止するための低温冷却装置がとりつけられている場合もあります。あるいは電子レンズできわめて細い電子ビームができるので、これを電子顕微鏡の鏡胴の側面から挿入した対陰極に当てて X 線の点源(径  $1\mu$  以下)をつくり、これによって試料の数百倍の X 線マイクログラフィが得られるものもあります。さらに不透明な試料を見るために電子線を試料に斜めに当て、それからの反射線によって形像する装置もついている。というように多くの場合本邦製のものは非常に多能につくられております。多能なものでは恐らく 10 通りぐらいに用いられるでしょう。Siemens 製を除いては外国製のものは一般に比較的単能的であるのは趣味の違いもあるでしょうが、日本で個々の研究室がそれぞれの使用目的に応じて 1 台ずつ備えるほど研究費が潤沢でなく、研究目的を異にする多くの研究室の集りである研究所とか大学を単位として共通施設的に備えるためもあるでしょう。しかしそれとは別に日本一国内で電子顕微鏡が 400 台もあるところをみますと、新しいものの好きの国民性の一面が現われているように思われます。

さて電子顕微鏡の分解能が向上いたしましたが、これをいかに使いこなすかの問題が残っております。

金属などのように電子線に対して不透明なものにつきましてはこれを薄膜にするとか、あるいは表面のレプリカによって間接的に表面組織をしらべておりますが、前の方法ですと Bulk 的な性質が異なる場合があり、後の方法では表面組織しか見られません。しかし現在これらの方法によっても数多くの面白い新事実が発見されております。

わたくし達が戦争中有機薄膜による 2 段レプリカ法(ゼラチン-銀)を考案しましたが、余り高い分解能が得られませんでしたのでこれの改良に苦心しておりました。戦争が終ってから米国の Heidenreich のレプリカの仕事を知り同じ原理ながら格段の差があることに恥入りました。要するに材料の選び方が拙劣だったのです。

要するに失敗ばかり重ねてきました。かような敗北談を申し上げてきましたが、これも前者の轍を踏んでいただかないためのご参考になれば幸いです。

(1958. 3. 26)

## 東京大学生産技術研究所報告第7巻第5号刊行

### 松永正久著「電子回折法および接触電気抵抗測定法による仕上面表面層の研究」(英文)

電子回折法による仕上面の表面層とくに Beilby 層の研究は古来非常に多く行われてきたが、明瞭な回折像が得られないため多くの異説を生み、他の表面物性値と対照して検討することが望まれていた。一方、金属仕上面の性質を接触電気抵抗を測定して評価する試みは種々行われてきたが、測定される抵抗値は通常低く、しかも再現性に乏しいため、実用にならなかった。筆者はこの原因をなしている五つの要素(被膜の破壊、コヒヤー作用、被膜の欠陥、トンネル効果、被膜の電気伝導性)のうち、前二者をさけて測定すれば、被膜抵抗は仕上程度により非常に違っており、かつ再現性があることを見出した。そしてこのようにして測定した抵抗値と電子回折像とを対比し電子回折像におけるハロー像は酸化物によるとするとともに説明がしやすいことを結論した。