

УСПЕХИ ФИЗИЧЕСКИХ НАУКСОВЕЩАНИЯ И КОНФЕРЕНЦИИ**ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ В ЯПОНИИ\*)****1. ОРГАНИЗАЦИЯ КОНФЕРЕНЦИИ**

В ряде стран в настоящее время созданы Национальные Общества электронной микроскопии, объединяющие исследователей и приборостроителей, работающих в области электронной микроскопии и электронографии. Для связи между Национальными Обществами организована Международная федерация обществ электронной микроскопии, руководимая Международным Комитетом по электронной микроскопии.

В соответствии с программой проведения конференций по электронной микроскопии, разработанной Комитетом, в 1955 г. были проведены национальные конференции; в 1956 г.—региональные конференции; в 1957 г. должны быть проведены национальные конференции и в 1958 г.—Международный конгресс. Первая региональная конференция стран Европы была проведена во второй половине сентября 1956 г. в Стокгольме, а 23—27 октября 1956 г. в Токио—первая региональная конференция по электронной микроскопии стран Азии и Океании.

Организационная работа по проведению этой конференции была проделана Обществом электронной микроскопии Японии при поддержке Научного Совета Японии и Министерства Просвещения.

Состав первой региональной конференции стран Азии и Океании \*\*) и количество докладов, прочитанных делегациями разных стран, приведены в табл. I.

Таблица I

№ п/п	Страна	Колич. делегатов	Колич. докладов
1	СССР . . . . .	6	6
2	КНР . . . . .	5	1
3	США . . . . .	4	4
4	Япония . . . . .	Около 150	30
5	Индонезия . . . . .	2	2
6	Камбоджа . . . . .	2	—
7	ГФР . . . . .	2	4
8	Индия . . . . .	2	6
9	Австралия . . . . .	—	3
10	Франция . . . . .	—	3

В состав советской делегации входили Нырыков В. Г., Ильин В. В., Крисс А. Е., Лукьянович В. М., Федюк Г. Ф. и Бакдыкьянц Г. О.

Заседания конференции проходили четыре дня по следующей программе:

Первый день—приветственные выступления, обзорные доклады; второй день—электронная оптика, приборы и техника препарирования; третий день—биологические применения (бактерии, вирусы и гистология); четвертый день—промышленное применение (физические, металлургические и химические исследования).

\*) По результатам командировки на первую региональную конференцию по электронной микроскопии стран Азии и Океании, Токио, октябрь 1956 г.

\*\*) На конференции присутствовал один представитель с острова Тайвань.

Один день был целиком посвящен посещению делегатами конференции трех фирм, производящих электронные микроскопы (фирмы Акачи, Хитачи и Японская лаборатория электронной микроскопии), а также лаборатории электронной микроскопии в университете г. Токио.

Для делегатов конференции были организованы выставка приборов японского производства и выставка электронно-микроскопических снимков, иллюстрирующихложенные работы японских исследователей.

Доклады, прочитанные на конференции, вместе с дискуссией по докладам будут опубликованы в течение года в сборнике «Труды первой региональной конференции по электронной микроскопии стран Азии и Океании в Токио, 1956».

## 2. КРАТКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА СОСТОЯНИЯ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ В ЯПОНИИ

Выбор Японии как места для проведения региональной конференции стран Азии и Океании был очень удачным, так как делегаты могли ознакомиться с состоянием электронной микроскопии в этой стране, занимающей в области электронной микроскопии первое место среди стран этого географического района и одно из первых мест в мире. Электронные микроскопы японского производства по разрешающей способности выше американских и приближаются к новейшим разработкам ГФР.

По количеству электронных микроскопов, имеющихся в стране (300 шт.), Япония занимает третье место в мире (после СССР и США). Общество электронной микроскопии Японии объединяет около 700 ученых. На последней Международной конференции по электронной микроскопии в 1954 г. (Лондон) Японией было представлено около 15% от всего количества докладов. В настоящее время в Японии имеется четыре фирмы, занимающиеся разработкой и производством электронных микроскопов.

1. Японская электронно-оптическая лаборатория (г. Токио).
2. Центральная исследовательская лаборатория Хитачи (г. Токио).
3. Фирма Шимадзу (г. Киото).
4. Фирма Акачи (г. Токио).

Вместе с разработкой и производством электронных микроскопов первые две фирмы ведут также серьезные исследования с их помощью. Кроме этих четырех фирм, в Японии еще около четырех фирм начинало заниматься разработкой и производством электронных микроскопов (например, фирма Тотиба разрабатывала электростатические микроскопы).

Судя по докладам на конференции и статьям, опубликованным в журналах, научно-исследовательские и опытно-конструкторские работы в области электронной микроскопии и дифракции электронов ведутся не менее чем в 30 организациях, в том числе в 17 университетах и высших учебных заведениях. Нередки случаи совместной работы нескольких организаций, иногда даже находящихся в разных городах.

## 3. КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДОКЛАДОВ

В первый день конференции было прочитано 9 обзорных докладов, посвященных состоянию разработок электронных микроскопов в разных странах (в ГФР — проф. Руска Э., в Японии — проф. Тани, в СССР — Нырыков В. Г.), а также применению электронной микроскопии в разных областях науки в Японии (исследование металлов и сплавов — проф. С. Кода, вирусов — проф. М. Терада) и в США в области цитологии и гистологии (д-р Мак Кланг; Мур, Руска, Копенгавер, Беннет).

Проф. Руска сделал исторический обзор развития конструкций электронных микроскопов в Германии, начиная с 1932 г., когда им совместно с Боррисом был разработан первый макет электронного микроскопа на фирме Симменс. Докладчик остановился на описании электронного микроскопа, разработанного в 1954—1955 гг. фирмой Симменс (ГФР), — эльмископ-1 с разрешением 9 Å. Он демонстрировал также результаты, полученные Ментером на эльмископе-1 при исследовании фталоцианина платины<sup>1</sup>. На снимке видны чередующиеся полосы, соответствующие кристаллическим плоскостям, заполненным атомами металла и находящимся на взаимном расстоянии 12 Å, которое совпадает с расстоянием, определенным рентгеноструктурным методом.

Кроме обзорного доклада, Руска прочитал доклад на заключительном заседании о новейших разработках электронных микроскопов фирмой Симменс.

Он сообщил о магнитостатическом электронном микроскопе с напряжением 60 кв, разработанном в 1955 г., который имеет следующие линзы с постоянными магнитами: конденсор, объективную, промежуточную и проекционную.

Этот прибор имеет разрешение 17÷25 Å; кроме этого, Руска привел данные об электростатическом микроскопе (50 кв), разработанном в 1956 г., который имеет четырехэлектродную пушку (типа Штейгервальда) и систему линз, состоящую из

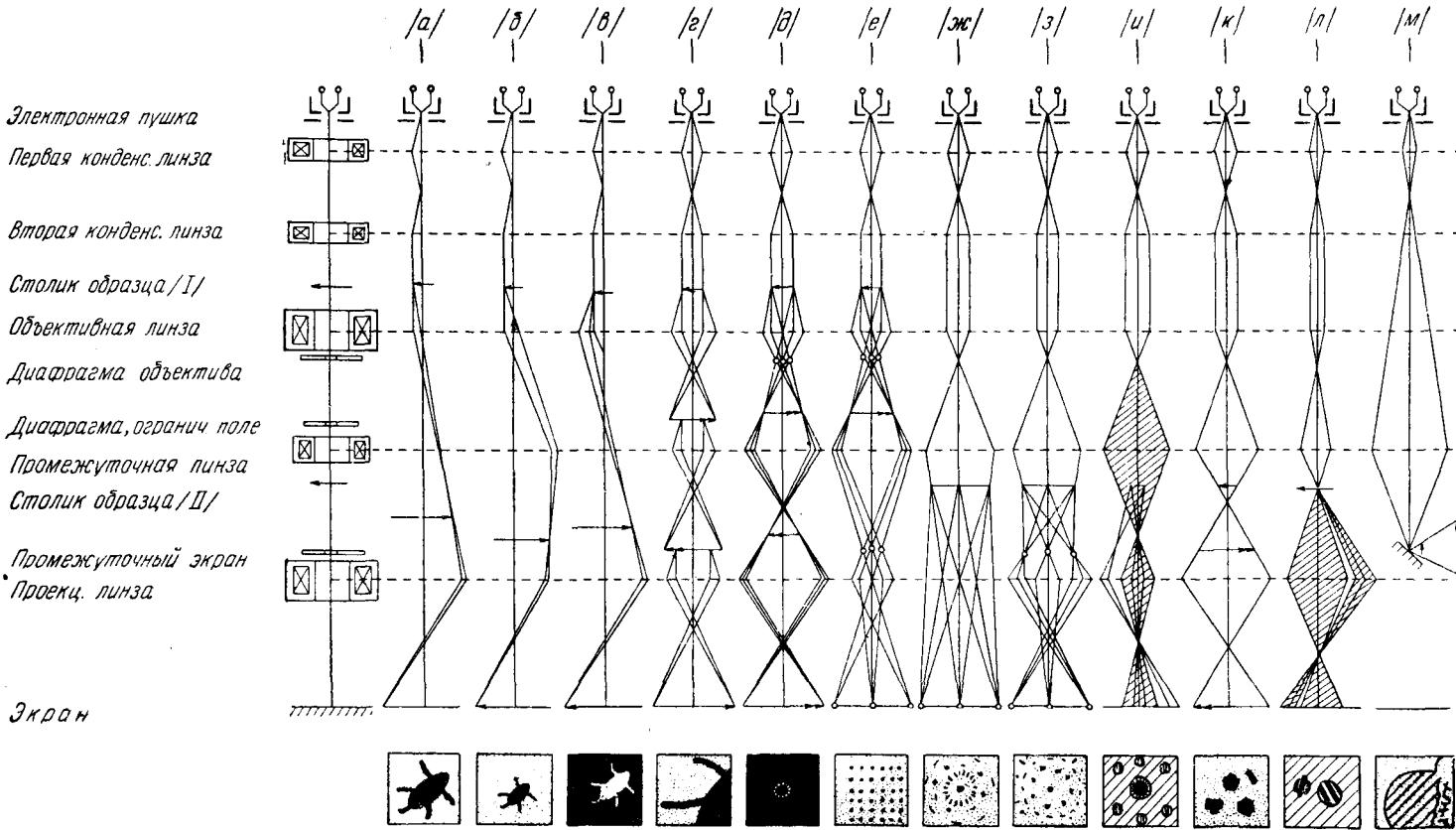


Рис. 1. Электронно-оптическая система электронного микроскопа HU-10 и возможные способы ее использования: *а* — электронный микроскоп с большим увеличением (2 ступени увеличения); *б* — электронный микроскоп с малым увеличением; *в* — электронный микроскоп, темно-полярное изображение; *г* — электронный микроскоп с большим увеличением (три ступени увеличения); *д* — электронно-микроскопическое изображение от ограниченного участка образца; *е* — дифракция электронов от ограниченного участка образца; *ж* — дифракция электронов с высоким разрешением; *з* — дифракция электронов с высокой дисперсией; *и* — теневая микрорадиография; *к* — теневой электронный микроскоп; *л* — дифракция электронов в сходящемся пучке (дифракция Косселя—Молленштедта); *м* — рентгеновский микроскоп.

объективной линзы со стигматором и четырех проекционных линз. Кроме обычного экрана, в этом приборе имеется прозрачный экран, за которым располагается малоформатная фотокамера. Разрешение этого прибора 10—20 Å.

В докладе Руска было уделено большое внимание вопросу искусственного охлаждения объекта внутри электронного микроскопа. Охлаждение до минус 100°С уменьшает осаждение углерода на пленку, бомбардируемую пучком.

Проф. Тани (руководитель лаборатории электронной микроскопии университета Токио) в обзорном докладе, посвященном разработкам электронных микроскопов в Японии, сообщил о конструкциях систем линз и приспособлений электронных микроскопов. Он рассказал о работах, проводившихся в Японии по изучению и улучшению систем электромагнитных линз. Большое внимание он уделил работам проф. Канайи по хроматической аберрации. Докладчик привел схему электронного микроскопа НУ-10 с двумя конденсорными линзами, объективной, промежуточной и проекционной линзой и 12 возможных способов включения этих линз.

Он сообщил о 300 кв электронном микроскопе с питанием от генератора Ван-де-Граафа, разработанном фирмой Хитачи. На электронограммах, полученных с напряжением в 50 и 250 кв, он показал преимущество последнего.

Докладчик рассказал о малогабаритном настольном электронном микроскопе НМ-2 с постоянными магнитами для стандартных исследований, разработанном фирмой Хитачи, а также о небольшом электронном микроскопе фирмы Акачи типа ТРС-50Д, имеющем разрешение 30 Å. Докладчик упомянул о держателях образцов для охлаждения и нагревания препаратов в электронном микроскопе. Он рассказал также о своей работе по эмиссионному микроскопу.

Руководитель делегации Советского Союза Нырыков В. Г. в обзорном докладе сообщил об электронных микроскопах и электронографах, разработанных в СССР.

Проф. Кода (университет г. Саппоро, Япония) прочитал обзорный доклад, посвященный применению в Японии электронного микроскопа к исследованию металлов и сплавов, в котором сообщил, что из 300 электронных микроскопов в Японии приблизительно четвертая часть применяется к изучению металлов и сплавов. В докладе было продемонстрировано около 50 снимков и приведено около 40 литературных ссылок на работы, выполненные японскими исследователями.

а) Автор рассмотрел работы по электронно-микроскопическому изучению тонкого строения плоскостей скольжения в различных металлах. Эти работы велись в 1951 г. в университетах городов Киото и Сендай, а также в электротехнической лаборатории и показали, что расстояние между плоскостями скольжения равно одному-двум атомным расстояниям.

б) Далее в докладе был рассмотрен вопрос о выпадении фаз из пересыщенных твердых растворов, подвергавшихся старению. Эти работы велись, начиная с 1950 г., в университетах городов Киото, Саппоро и Сендай.

в) Превращения в мартенсите исследовались с помощью электронного микроскопа в университетах городов Осака и Сендай. При этом наблюдалась тонкие полосы, которые можно рассматривать как линии скольжения, образующиеся при превращении.

г) В университете Токио исследованы магнитные сплавы с аномальным остаточным магнетизмом. Было установлено, что замеченный остаточный магнетизм связан с образованием малых упорядоченных областей эллипсоидальной формы внутри основной неупорядоченной фазы.

д) Наблюдался рост иглообразных кристаллов на таких металлах, как цинк, латунь, медь, железо и вольфрам, после нагревания их на воздухе (Механическая лаборатория, университет г. Киото) и при охлаждении ниже минус 100°С.

Приспособление для охлаждения до такой температуры разработано в Институте технологии и в Японской электронно-оптической лаборатории.

е) Исследовалась структура металлов, полученных испарением в вакууме. В монокристаллоподобных пленках обнаружено двойникование кристаллов (университет г. Сендай). Обнаружены также превращения в тонкой пленке Al—Cu (50/50).

ж) Изучение поверхности излома проводилось в университете г. Канадзава. Поверхность излома делится на домены, размеры которых сравнимы с размерами кристаллических зерен.

з) В Центральной лаборатории Хитачи исследовалась структура графитовых зерен в чугуне, а также включения в стали, для чего была разработана методика получения реплик с помощью пленки углерода, полученной испарением (университет Токио).

Во второй день конференции было прочитано 14 докладов.

Проф. Сакаки сообщил о работе Ленца (Аахен, ГФР) «Некоторые замечания о расчете полей линз». В этой работе критически пересмотрены две недавно опубликованные статьи о расчете распределения поля в электростатических электронных линзах. Предложены более простые и более точные выражения для распределения поля в симметричных трехэлектродных и асимметричных двухэлектродных иммерсионных линзах.

Д-р Морито сообщил о работе Ленца «Геометрия теневой проекции сечения каустики».

Для получения сечения поверхности каустики плоскостью Боррис предложил использовать необратимые изменения, которые происходят в коллоидной пленке, помещенной вблизи задней фокальной плоскости электронной линзы в интенсивном электронном пучке. Ленц использовал получаемое при этом сечение каустики для получения данных о коэффициенте сферической aberrации и астигматизма на оси электронной линзы.

Кимура (Центральная исследовательская лаборатория Хитачи, Япония) рассказал об электронном микроскопе с постоянными магнитами. Этот прибор позволяет непрерывно изменять увеличение в широких пределах (от 2000 до 20 000 $\times$ ). Разрешающая сила лучше 30 Å.

Изменение поля магнитной линзы с постоянными магнитами автор осуществляет путем изменения сопротивления магнитопровода с помощью изменения взаимного положения стержней, шунтирующих магнитное поле. Система линз этого микроскопа состоит из двух однощелевых линз (объективная и проекционная) и одной двухщелевой линзы (промежуточной). Все линзы используют цилиндрические магниты, которые изготовлены из магнитной стали со следующими характеристиками: магнитная индукция — 12 000 гаусс, коеффициентная сила — 650 эрстед.

В докладе д-ра Канайя (Электротехническая лаборатория, Токио) «Образование изображения кристаллических объектов в электронном микроскопе» теоретически, с точки зрения волновой оптики, рассмотрены условия образования электронного изображения кристаллических образцов с учетом взаимодействия электронов с веществом. Вычислен аналитически контраст изображения от кубического кристалла окиси магния и сравнен с экспериментальными результатами.

Проф. Тани доложил о работе Локуэна «Интерхроматический контраст — новый метод электронной микроскопии»<sup>2</sup>.

Ватанабэ доложил об исследованиях, выполненных им совместно с Нагакура и Като (Центральная исследовательская лаборатория фирмы Хитачи и Институт физических исследований Кобаяши, Токио) на электронном микроскопе с ускоряющим напряжением 300 кв, изготовленном фирмой Хитачи.

Источником высокого напряжения является генератор Ван-де-Граафа. С помощью этого прибора были получены электронограммы от золотой фольги толщиной 350 Å при ускоряющем напряжении 40, 120 и 265 кв. В этой работе был повторен результат, полученный Эллисом в 1952 г. в более узком интервале напряжений: контраст дифракционных колец увеличивается пропорционально корню квадратному из ускоряющего напряжения. Чтобы объяснить этот результат, следует предположить, что коэффициент поглощения электронов в веществе зависит линей-

но от  $1g \frac{1}{E}$ , где  $E$  — ускоряющее напряжение. В качестве преимущества столь высокого напряжения докладчик указывает возможность применения более толстых объектов для электронографических исследований. В частности, при ускоряющем напряжении 300 кв толщина алюминиевой фольги может быть 3000—5000 Å.

Проф. Сугата (университет г. Осака) сообщил о разработанной им электронной пушке с фильтром для монохроматизации электронного пучка в электронном микроскопе, работающем со сверхвысокими скоростями электронов, например от линейного ускорителя. Флуктуации скоростей электронов менее  $10^{-4}$  при высокой плотности тока электронного пучка.

В работе, выполненной Апинумой, К. Ито, Т. Ито, Иотсумото, Оказаки, Секи (Японская электронно-оптическая лаборатория, Токио), были разработаны два приспособления к электронному микроскопу, расширяющие возможности его применения:

а) Магнитное отклоняющее устройство для использования электронного микроскопа как для пропускания, так и для отражения. Оно состоит из двух пар отклоняющих катушек, перпендикулярных к колонне микроскопа, одна из которых отклоняет электронный пучок от оптической оси прибора, а вторая отбрасывает его под некоторым углом на образец, исследуемый методом отражения. Такое устройство позволяет получить угол между пучком электронов и плоскостью образца от 0 до 30°.

б) Устройство для исследования образцов в газовой среде внутри микроскопа. С помощью этого устройства образец можно наблюдать непрерывно при давлении газа до  $10^{-1}$  мм рт. ст.

Проф. Сакаки доложил о работе, выполненной им совместно с Марузе, Морито и Комода (университет г. Нагоя и Центральная исследовательская лаборатория фирмы Хитачи). В его докладе рассматривались два вопроса:

а) приспособление к электронному микроскопу, позволяющее получать с его помощью рентгено-микроскопические снимки;

б) точечный термокатод. Докладчик рассказал о способе получения такого катода путем травления вольфрамовой проволоки. Способ был ранее описан им

совместно с Молленштедтом<sup>3</sup>. Такой термокатод является очень малым и очень интенсивным источником электронов.

В работе д-ра Финча, д-ра Агарвала, д-ра Черпурей и д-ра Синга (Национальная химическая лаборатория, Индия) сообщалось о способе улучшения вакуума в приборах путем окружения вакуумных вводов и других частей прибора, которые могут быть местом вакуумной течи, объемом, в котором создается предварительный вакуум приблизительно  $10^{-1}$  мм рт. ст.

Работа Ушиима и Фуками (университет, Токио) была посвящена улучшению методики приготовления реплик, использующей пленки испаренного углерода с извлечением частиц, включенных на поверхности образца, а также применению этой методики. Получаемые испарением углерода пленки химически неактивны, механически прочны и устойчивы против электронной бомбардировки.

В работе Тазима и Ойе (Физико-фильм К°, г. Канадзава) было обращено внимание на то, что при определении разрешающей силы электронного микроскопа по расстоянию между двумя точками или по размытию края изображения на фотопластинке необходимо свести до минимума эффекты, обусловленные свойствами фотоматериалов, зависящими от условий проявления и в некоторой степени от длины волн излучения. В работе рекомендуется состав проявителя и режим проявления для двух типов фотографических эмульсий фирмы.

Ушида доложил о работе д-ра Андерсона (университет г. Пенсильвания и институт Пастера, Париж). В этой работе показана возможность получить на многослойной пленке «Ektachrome» различно окрашенные электронно-микроскопические снимки, в зависимости от скорости электронов, изменявшейся от 40 до 100 кв. С увеличением напряжения цвет снимка менялся от синего до оливково-зеленого в связи с увеличением глубины проникновения более быстрых электронов.

Третий день конференции целиком был посвящен биологическим применением электронной микроскопии. В этот день четыре доклада были посвящены бактериологическим исследованиям, семь — изучению вирусов (из них три доклада были прочитаны проф. А. Е. Крисс от советской делегации) и восемь докладов — гистологическим исследованиям.

Четвертый день конференции был посвящен промышленным применением электронной микроскопии.

В докладе Аракава и проф. Сюито (университет г. Киото) сообщалось об изучении с помощью электронного микроскопа дисперсного состояния наполнителей в вулканизированной резине. Препараты получались методом реплик или в виде очень тонких срезов. В работе исследовалась зависимость между степенью дисперсности наполнителей и физическими свойствами резины.

Проф. Шун и д-р Гразеник (Индонезийский институт исследования и разработки резины, Индонезия и г. Грац, Австрия), используя метод реплик, показали, что в твердой резине при комнатной температуре наименьшие коллоидальные частицы имеют сферическую форму и диаметр около 150—200 Å. По-видимому, это молекулы со средним молекулярным весом 1 500 000. Эти сферические молекулы сначала образуют крупные частицы приблизительно из 13 молекул и затем, путем объединения их, более крупные коллоидальные частицы.

Проф. Е. Сюито, К. Такияма и Н. Уеда (университет г. Киото) изучали с помощью электронного микроскопа микрокристаллы различных коллоидов. В своем докладе они сообщили об изменении двух видов микрокристаллов при облучении электронами, наблюдавшихся ими методом микродифракции. Было показано, что иглообразные кристаллы золя  $V_2O_5$ , выращенные вдоль  $b$ -оси путем старения до волокнистых кристаллов, при нагревании изменяются далее до монокристаллов. Слои свинца, ориентированные на микромонокристаллах  $PbJ_2$ , частично разлагаются при бомбардировке электронами.

Р. Уеда и проф. Н. Сасаки доложили о своей работе, в которой они с помощью адаптера для обработки образцов в трехлинзовом электронном микроскопе<sup>4</sup>, позволяющего наблюдать свежеприготовленные образцы без необходимости выносить их на воздух, провели электронно-микроскопические и микродифракционные исследования изменений в окислах металлов и металлических оксидных катализаторах, подвергавшихся физической и химической обработке.

Т. Иваи и д-р К. Ватанабе доложили об электронно-микроскопическом изучении продуктов гидратации портландского цемента.

Проф. Х. Хашимото и проф. К. Танака (университет г. Киото) сообщили о своей работе, в которой изучались многообразные формы кристаллов сульфида меди ( $CuS$ ,  $Cu_2S$ ,  $Cu_{1.8}S$ ), выросших на меди при нагревании ее в парах серы при разных температурах и давлениях. Авторы установили механизм роста этих кристаллов.

Р. Такаги (Механическая лаборатория г. Токио) доложил об изучении с помощью электронного микроскопа и дифракции электронов процесса роста нитеобразных кристаллов на поверхности металлов при окислении.

Автор изучал зависимость формы иглообразных кристаллов от температуры окисления. Было обнаружено, что игла, однажды облученная электронами, прекра-

щает свой рост. Высокое давление паров цинка позволяет атомам цинка испаряться через слой  $ZnO$  и конденсироваться недалеко от места испарения, образуя окислы.

Проф. Т. Хиби, К. Ишикава и К. Яда (университет г. Сендай), применяя технику реплик, изучали щелочно-галоидные кристаллы, окрашенные рентгеновским излучением, а также обесцвеченные выдерживанием на воздухе и тепловой обработкой. При окрашивании наблюдается рост кристаллов на поверхностях и при обесцвечивании — исчезновение их.

В статье д-ра А. Р. Део и д-ра М. К. Гхарпурей (Национальная химическая лаборатория, Индия), доложенной д-ром Х. Камогава, показано, что кадмий и цинк, нанесенные из газообразной фазы, чаще всего образуют отдельные кристаллы. Текстура этих слоев на таких подложках, как формвар, кремнезем, формвар с тонким покрытием серебром, зависит от природы подложки и может изменяться вследствие присутствия загрязнений на ее поверхности.

А. Фуками и И. Шиота (университет г. Токио и Красильная К° Канзай) исследовали дисперсность пигментов в ультратонких пленках и срезах и поверхность эмалевых пленок из нитроцеллюлозных лаков.

Исследовалось старение пленок красителей, приготовленных разными способами, под действием атмосферы (естественное и ускоренное).

В работе д-ра В. С. Т. Довелла, д-ра Дж. Фарранта и д-ра А. Л. Г. Риса (доложенной проф. Х. Хашимото) сравниваются расположение и ориентация интерференционных полос, наблюдаемых на электронно-микроскопических снимках от наложивающихся слоистых кристаллов, с соответствующими дифракционными снимками.

Проф. Н. Такахashi, К. Ашикума и М. Ватанабе (университет г. Яманаши и Японская электронно-оптическая лаборатория) сообщили о разработанном ими новом методе и приборе для приготовления тонких пленок металлов и сплавов для электронно-микроскопических и электронографических исследований. Маленькая петля из железной проволоки, запаяненная алюминием или графитом, опускается в металл или сплав, расплавленный в фарфоровом тигле в вакууме или инертном газе, и медленно вытягивается из него. Таким образом получаются участки толщиной в несколько сотен ангстрем. Описаны сравнительные результаты исследования пленок сплавов, полученных таким способом и испарением в вакууме.

В. М. Лукьянович (АН СССР) сообщил о применении электронно-микроскопических исследований к изучению структуры пористых тел.

#### 4. ОСНОВНЫЕ РАБОТЫ, ОПУБЛИКОВАННЫЕ В ЖУРНАЛЕ «ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ»

Японским Обществом электронной микроскопии издаются два журнала «Электронная микроскопия» (на английском и японском языках), не дублирующие друг друга, в которых публикуются статьи по электронной микроскопии, дифракции электронов и смежным вопросам. Кроме этого, часть статей по указанной тематике публикуется в физических и специализированных журналах и изданиях отдельных организаций, а также в заграничных журналах.

Мы сгруппируем статьи по отдельным темам.

Теоретические работы. Фундаментальными теоретическими работами, сыгравшими большую роль в развитии электронной микроскопии в Японии, являются работы д-ра К. Каная (исполнявшего обязанности секретаря оргкомитета конференции). Им опубликована монография «Электронно-оптическая теория конструкции магнитных линз для электронных микроскопов»<sup>5</sup>, в которой объединен материал более 25 статей, написанных им в 1949—1955 гг. В этом труде последовательно рассмотрены ошибки изображения в электронном микроскопе и имеются данные для практического конструирования электронных микроскопов с высоким разрешением. В статьях<sup>6, 7</sup>, посвященных улучшению разрешения в электронном микроскопе с помощью электромагнитных линз, имеющих колоколообразную форму поля с разной степенью асимметрии, он показал, что сферическая и хроматическая aberrации имеют минимальное значение при выполнении условия  $R_1 : R_2 = 1 : 4$  и  $R_1 : R_2 = 1 : 1,5$ , где  $R_1$  и  $R_2$  — полупризна напряженности магнитного поля соответственно перед линзой и после нее. Им теоретически рассмотрены ошибки изображения в магнитных линзах электронного микроскопа: сферическая и хроматическая aberrации<sup>8</sup>, дисторсия<sup>9</sup>, кривизна поля и астигматизм<sup>10</sup>, кома<sup>11</sup>. В 1952 г. им разработаны теоретические основы конструкции трехступенчатого электронного микроскопа; рассмотрен вопрос об ошибках электромагнитных линз такого электронного микроскопа: сферической и хроматической aberrации<sup>12</sup>, дисторсии<sup>13</sup>, кривизне поля и астигматизме<sup>14</sup>. Позднее д-р Каная опубликовал цикл статей, посвященных дальнейшему улучшению разрешения электронного микроскопа с системой сложных конденсорных линз<sup>15, 16, 17</sup>. В 1951—1953 гг. он опубликовал статьи об ошибках изображения, вызванных неточностью изготовления полусовых наконеч-

ников<sup>18</sup>, и о требованиях к точности изготовления электромагнитных линз электронного микроскопа<sup>19, 20</sup>. Им написан цикл статей об образовании изображения в электронном микроскопе с точки зрения волновой оптики<sup>21</sup> с учетом влияния aberrаций и дефокусировки на упруго и неупруго рассеянные электроны<sup>22, 23</sup>. Несколько последних статей д-ра Канайя посвящено изучению распределения температуры в исследуемых препаратах<sup>24, 25</sup>. В этих статьях показано, что облучение объекта электронным микропучком меньше влияет на повышение температуры образца, чем пучком обычного сечения. Температура в центре подложки обратно пропорциональна корню квадратному из диаметра облученной площади. В связи с этим он рекомендует для электронных микроскопов с высоким разрешением применять двойную конденсорную линзу, позволяющую получить на объекте электронный пучок очень малого диаметра.

Статья, посвященная теории образования изображения в электронном микроскопе, опубликована также Р. Уеда<sup>26</sup>.

Исследование и разработка элементов электронной оптики. Большой интерес представляют статьи, посвященные исследованию и разработке элементов электронной оптики, так как в Японии, с нашей точки зрения, большая часть исследовательских работ в этом направлении имеет целеустремленный характер, направлена на решение практических задач повышения качества электронной оптики и доведена до практического применения. С этой точки зрения интересны статьи Катагири С. (Центральная исследовательская лаборатория, Хитачи)<sup>27, 28, 29</sup>, посвященные изучению и уменьшению хроматической aberrации в магнитном микроскопе. В этих статьях показано, что хроматическая aberrация для точек, удаленных от оси, может быть скомпенсирована при подходящей комбинации двух линз и при соответствующей конструкции полюсных наконечников. Хроматическая aberrация для точек, удаленных от оси, состоит из хроматической aberrации увеличения и поворота. Коэффициент хроматической aberrации в этом случае  $(C_{Fmr})^2 = (C_{Fm})^2 + (C_{Fr})^2$ , где  $C_{Fm}$  и  $C_{Fr}$  — соответственно коэффициенты хроматической aberrации увеличения и поворота. Для некоторых значений параметра полюсных наконечников

$$\frac{h}{d} \quad (h \text{ -- ширина щели, } d \text{ -- внутренний диаметр наконечников})$$

можно найти такое значение параметра линзы  $\frac{IN}{\sqrt{E}}$  (\*), при котором

$C_{Fm}$  становится равным нулю. В этом случае коэффициент хроматической aberrации для точек, удаленных от оси, определяется только коэффициентом aberrации поворота, который может иметь положительное или отрицательное значение, в зависимости от направления тока через электромагнитную линзу. При соответствующем выборе направления тока через систему линз можно получить благодаря компенсации минимальное значение суммарной хроматической aberrации этой системы.

В случае простой системы из двух линз удовлетворительная компенсация может быть получена только в узком пределе увеличений. Автор предлагает расширить возможности метода с помощью сложных систем линз. В статьях этого автора также описан метод контроля центрировки линз электронного микроскопа по изменению хроматической aberrации с помощью искусственно наложенной на постоянное ускоряющее напряжение переменной составляющей. В электронном микроскопе со скомпенсированной таким образом хроматической aberrацией можно получить разрешение около 50 Å даже при колебаниях ускоряющего напряжения до 1%. Ценность этого метода заключается также в том, что он позволяет скомпенсировать хроматическую aberrацию, которая возникает, даже при наличии предельно монохроматического первичного излучения, вследствие потери электронами скорости при рассеянии в веществе.

Расчету хроматической aberrации электромагнитной линзы электронного микроскопа посвящена статья Морито Н.<sup>30</sup>.

В другой статье, написанной совместно с Койцуми<sup>31</sup>, теоретически и экспериментально исследовался астигматизм электромагнитной линзы. Показано, что астигматизм может быть в первом приближении скомпенсирован путем добавления вспомогательной эллиптической линзы.

Сотрудники электронно-оптической лаборатории К. Ито и Т. Ито посвятили ряд статей исследованию электромагнитных линз электронного микроскопа. В одной из статей<sup>32</sup> они вычислили коэффициент дисторсии и сравнили результат расчета с полученным из снимка реалики дифракционной решетки.

Эти же авторы совместно с Сугата Е. и Нишиитаки<sup>33</sup> опубликовали статью об измерении распределения поля в магнитных электронных линзах с помощью измерения поворота изображения. Сущность этого оригинального метода заключается

\*) IN — число ампер-витков линзы, E — ускоряющее напряжение.

в том, что измеряют разность углов поворота  $\Delta\theta$  изображения двух очень тонких проволочек, расположенных вдоль оси на некотором расстоянии  $\Delta z$  друг от друга. В этом случае напряженность поля на оси может быть вычислена по формуле

$$H_{(z_0)} = \frac{\sqrt{V}}{0,15} \cdot \frac{\Delta\theta}{\Delta z}.$$

В следующей статье К. Ито и Т. Ито<sup>34</sup> рассматривают вопрос об исправлении дефектов линз в трехлинзовом электронном микроскопе с помощью сложной объективной и проекционной линз.

Сугата, Нишитани и Хамада<sup>35</sup> применили метод измерения распределения поля линзы по повороту изображения для электромагнитной линзы с насыщением. Используя измеренное распределение поля, они вычислили некоторые константы: фокусное расстояние, положения главных плоскостей, константы сферической и хроматической aberrации.

В другой работе Сугата, Нишитани и Хиросу<sup>36</sup>, применяя ту же методику измерения распределения поля в электромагнитной линзе, нашли, что при определенной форме полюсных наконечников наблюдается утечка магнитного поля, которую можно устранить изменением формы наконечников.

При этом максимум магнитного поля увеличивается. Авторы обращают внимание на то, что в линзах с большим числом ампер-витков следует принимать меры, чтобы насыщение полюсных наконечников не было слишком большим.

Метод измерения сферической aberrации и астигматизма электронной линзы по теневым электронно-микроскопическим изображениям скрепленных дифракционных решеток предложен в двух статьях Сакаки, Марузе и Марузе, Эгучи<sup>37, 38</sup>.

Хиби и Такахashi<sup>39</sup> выяснили влияние материала, из которого изготовлена диафрагма, устанавливаемая перед объективной линзой, на разрешающую способность электронного микроскопа. Лучшее разрешение было получено с диафрагмой из серебра, а при продолжительной работе прибора — из золота.

Изучению осветительных систем среди статей, опубликованных в журнале «Электронная микроскопия», посвящено лишь две статьи<sup>40, 41</sup>. Автор одной из них определил величины, необходимые для разработки электронной пушки — требуемую плотность тока в электронном пучке при фотографировании путем непосредственного облучения электронами фотопластинки, при фотографировании с люминесцирующего экрана и при визуальном наблюдении на экране. Авторы второй статьи проверили связь между угловой апертурой осветительной системы, освещаемой площадью образца и интенсивностью электронного пучка.

Разработка приборов и приспособлений. В статье Танака и Хамицото<sup>42</sup> описана конструкция универсального электронного микроскопа с конденсорной, объективной и двумя проекционными линзами, который обладает различными возможностями применения. Он может быть применен для следующих семи способов исследования:

а) электронный микроскоп с непрерывным увеличением от 800 до 20 000 $\times$   
б) электронная микродифракция, в) темнопольный электронный микроскоп, г) электронограф с высоким разрешением, д) электронограф с большой эффективной длиной (до 250 см), е) теневой электронный микроскоп, ж) теневая (зондовая) микродифракция.

Исследуемые образцы могут нагреваться, и на них может испаряться до двух видов веществ внутри прибора. Испаритель может быть использован также для нейтрализации зарядов на образцах.

Электронный микроскоп, который может быть использован как для электронно-микроскопических, так и для электронографических исследований методом просвечивания и методом отражения, описан в статье Ито К., Ито Т. и Ватанабе М.<sup>43</sup>.

В другой статье тех же авторов и др.<sup>44</sup> описан электронный микроскоп с высокотемпературной печью (до 1000°C). Применение прибора продемонстрировано на исследовании превращения в сплаве Al—Cu методом прохождения электронов и выпадения фаз из сплава Al—Mg—Si методом отражения.

Экспериментальный электронный микроскоп на 300 кВ с генератором Ван-деграафа, разработанный фирмой Хитачи и университетом г. Нагоя, описан в статье<sup>45</sup>.

Ватанабе Х.<sup>46</sup> описал анализатор скоростей электронов, с помощью которого были обнаружены пульсации напряжения, накладывающиеся на ускоряющее напряжение, когда нить накала питается переменным током. Пульсации практически устраняются при введении емкости в цепь смещения.

Сакаки и Уеда<sup>47</sup> описали конструкцию приставки к электронному микроскопу, с помощью которой авторы наблюдали свежеприготовленные образцы, не подвергая их действию воздуха. Эта приставка позволяет наблюдать один и тот же участок

образца до и после физической и химической обработки. Процесс восстановления и окисления наблюдался на  $WO_3$ ,  $MoO_3$  и  $Fe_2O_4$ .

В статье Хиби Т.<sup>48</sup> сообщается, что применение в качестве термокатода вольфрамового острия, полученного механической полировкой (радиус острия 1  $\mu$ ) или электролитическим травлением в растворе NaOH (радиус острия 0,1  $\mu$ ), позволило ему получить очень интенсивный источник электронов чрезвычайно малого размежа. Это демонстрируется снимками от кристаллов окиси магния, на краю изображения которых наблюдается до 20 полос Френеля. Автор утверждает, что такой термокатод может позволить получить с двухлинзовым электронным микроскопом более высокое разрешение, не применяя двойную конденсорную линзу, стигматор и промежуточную линзу.

В статье Араки<sup>49</sup> описан электронный микроскоп с одной ступенью электронного увеличения, который обладает разрешающей силой, занимающей промежуточное положение между световым и электронным микроскопом. В этом приборе, в отличие от обычных электронных микроскопов, электронная проекционная линза заменена свето-оптической увеличивающей системой. Получаемые снимки имеют большое поле зрения; электронограммы и электронно-микроскопические снимки получаются без перемещения образца. Однако приведенные автором электронно-микроскопические снимки имеют невысокое разрешение. Аналогичная работа была опубликована коллективом других авторов<sup>50</sup>. Они ввели в обычный электронный микроскоп промежуточную фотокамеру. С помощью этого прибора, одновременно с обычным, сильно увеличенным изображением очень малой части образца, может быть получено промежуточное изображение, образованное объективом (с разрешением около 500  $\text{\AA}$ ) со средним увеличением и большим полем зрения.

По-видимому, эти работы в Японии не получили дальнейшего развития.

Устройствам источников питания электронных микроскопов в журнале «Электронная микроскопия» посвящено лишь две статьи (стабилизаторы напряжения и тока), опубликованные в 1950—1951 гг.<sup>51, 52</sup>.

Методика препарирования. Разработкой метода реплик в Японии занимается главным образом лаборатория электронной микроскопии университета г. Токио, руководимая проф. Тани.

Серия статей по методике приготовления реплик написана А. Фуками и другими сотрудниками этой лаборатории<sup>53, 54, 55, 56, 57</sup>. В этих статьях рассмотрена надежность известных способов приготовления реплик, предложены улучшенные методы приготовления реплик из некоторых органических материалов (желатина, метилметакрилата, коллоидона и целлофановых пленок). Для укрепления реплик с обратной стороны наносится целлULOид и коллоидон. Разрешение на снимках, полученных из реплик, определялось этими авторами по закруглению острых углов в изображении образца. Этому же вопросу посвящены две статьи Тсушикура<sup>58, 59</sup>. В них описан метод приготовления двухступенчатых реплик, в котором первая ступень получается полимеризацией метилметакрилата или из плавленого этилметакрилатового полимера, вторая — конденсацией тонкого металлического слоя алюминия, хрома, германия. Разрешение определялось по радиусу кривизны на углах частиц. В качестве стандартного образца использовался каолин.

Хиби и Яда<sup>60</sup> занимались улучшением металлических пленок, полученных испарением в вакууме для двухступенчатого метода реплик. Найдено, что такие элементы, как Zr, Si, Fe, более пригодны, чем Al, для получения реплик с высоким разрешением. Дальнейшее улучшение реплик с высоким разрешением было получено при предварительной ионной или электронной бомбардировке пластической пленки.

Техника получения тонких углеродных пленок испарением в вакууме, свойства этих пленок и их применение в методе реплик с извлечением частиц с поверхности образца описаны в двух статьях Фуками и Иотсумото<sup>61, 62</sup>.

В статье Хиби<sup>63</sup> описано устройство с инжектором для оттенения препаратов металлами, применение которого дает лучшие результаты с использовавшимися ранее материалами, а также позволяет применять для оттенения металлы, которые в обычном методе не могли применяться.

Применения электронной микроскопии. Статьи, посвященные непосредственным исследованиям с помощью электронного микроскопа, содержат главным образом результаты изучения металлических материалов \*).

Кода и Такяма<sup>64</sup> исследовали выпадение фаз из пересыщенного твердого раствора Al—Ag. Уeda Р.<sup>65</sup> с помощью построенного им эмиссионного электронного микроскопа исследовал микроструктуру аустенитовой стали при высоких температурах. Он проследил непрерывный рост зерен аустенита.

\*.) Применения электронной микроскопии в области биологии в данном обзоре не рассматриваются.

В работе Таока и Саката<sup>66</sup> при исследовании структуры поверхности рекристаллизованных зерен в сплаве Ni—Fe наблюдалась разные типы структур, которые зависят от кристаллографической ориентации поверхности. Авторы предполагают, что наблюдающиеся на поверхности зерен тонкие ступени являются моноатомными слоями.

Тани, Икэя и Оно<sup>67</sup> исследовали с помощью электронного микроскопа структуру на поверхности излома металлических материалов (сплавы Fe и Al) при испытании на усталость.

Влияние скорости распространения деформации при комнатной температуре на вид полос скольжения в монокристалле алюминия описано в статье<sup>68</sup>. При уменьшении скорости деформации наблюдались более широкие полосы скольжения, расстояния между ними увеличивались, а число полос уменьшалось.

С помощью электронного микроскопа исследовались детали в зернах графита на поверхности чугуна, подвергавшегося катодной бомбардировке в вакууме<sup>69</sup>. В статье приведены экспериментальные результаты, касающиеся кристаллической структуры и процесса образования сферолитов графита.

В работе Миура и Тамамути<sup>70</sup> исследовалась связь между спектральным пропусканием золя золота, приготовленного разными способами, и размером и формой его частиц, определенными с помощью электронного микроскопа.

Эгучи, Тани и Икэя<sup>71</sup> изучали с помощью электронного микроскопа, методом двухступенчатых реплик структуру поверхности фоточувствительного селена. На стереоскопических снимках обнаружено, что каждое зерно Se состоит из мелких сферических мозаичных кристаллов, изменяющих свои размеры с температурой и давлением, при которых были приготовлены слои. В статье показано также, что на поверхности селеновых фотоэлементов, покрытых слоем кадмия с помощью катодного распыления, частицы последнего распределены равномерно, тогда как при испарении на коллоидную пленку образуются гексагональные кристаллы Cd.

Строение кристаллов окислов металлов, полученных при сгорании последних (с конденсированным дымом), исследовалось с помощью электронного микроскопа рядом авторов.

В статье<sup>72</sup> описан держатель образца, устроенный таким образом, что образец может вращаться относительно оси, перпендикулярной к оптической оси прибора, и кристаллы MoO<sub>3</sub> могли наблюдаваться под разными углами.

Хиби и Яда<sup>73</sup> исследовали методом реплик дым окиси магния и молибдена. Обнаружены разные способы связи кубических кристаллов окиси магния. На снимках был прослежен интересный рост кристаллов.

Изучению с помощью электронного микроскопа процесса дегидратации и разложения продуктов гидратации портландского цемента посвящена статья<sup>74</sup>.

В работе<sup>75</sup> с помощью электронного микроскопа и кинематографической съемки электронограмм изучались зависимости от температуры скорости  $\alpha \rightarrow \beta$  превращения фталоцианина меди, а также вид этого превращения.

В двух статьях<sup>76, 77</sup> рассматриваются изменения, которые происходят в образце при интенсивном и длительном облучении его электронным пучком. При электронной бомбардировке на поверхности препаратов образуется тонкая пленка, которая может быть отделена при растворении образца. Ее возникновение объясняется полимеризацией некоторых веществ, существовавших на поверхностях, и ионизацией материалов под действием электронного пучка.

## 5. КРАТКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НЕКОТОРЫХ ФИРМ И ОРГАНИЗАЦИЙ, ЗАНИМАЮЩИХСЯ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИЕЙ

В соответствии с программой конференции для иностранных делегатов было организовано посещение трех фирм, производящих электронные микроскопы, находящихся в Токио и его пригородах, и университета г. Токио.

а) Японская электронно-оптическая лаборатория (президент д-р К. Казато). Эта фирма наряду с фирмой Хитачи является ведущей в области разработок и изготовления электронных микроскопов Японии. Она была организована после войны в 1945 г. Основные кадры ее составляли физики, электрики, инженеры-механики, специалисты в области оптики, радиолокации, авиационных приборов бывшего Технического исследовательского отдела Морского министерства Японии. Этой лабораторией в течение послевоенных лет выпущено более 10 типов электронных микроскопов.

Фирмой разработаны: 1) простой в эксплуатации электронный микроскоп с небольшим увеличением; 2) электронный микроскоп, работающий на просвет с высоким разрешением; 3) электронный микроскоп с трехступенчатой системой линз; 4) электронный микроскоп для исследования методом прохождения и отражения; вместе с тем этот прибор позволяет получать микроскопические изображения или электронограммы образцов без изменения их положения; 5) электронный

микроскоп с устройствами для нагревания и глубокого охлаждения образцов; 6) электронный микроскоп с ускоряющим напряжением до 200 кв; 7) электронный микроскоп для изучения вторичной эмиссии с поверхности; 8) электронный микроскоп с сектором для дифракции электронов.

Лаборатория ведет исследовательские работы по вычислению электронных траекторий, изучению взаимодействия электронов с веществом, применению электронных микроскопов, улучшению питающих устройств к ним, конструктивному улучшению электронных микроскопов, разработке и опытному производству новых электронных микроскопов.

Первый электронный микроскоп с электростатической оптикой был создан фирмой в 1946 г.

В 1949 г. был создан электронный микроскоп с электромагнитной оптикой и разрешением 50 Å (тип JEM-1).

В 1950 г. разработан тип JEM-2 с тем же разрешением. Его оптика содержала три линзы: объективную, промежуточную и проекционную. В том же году разра-

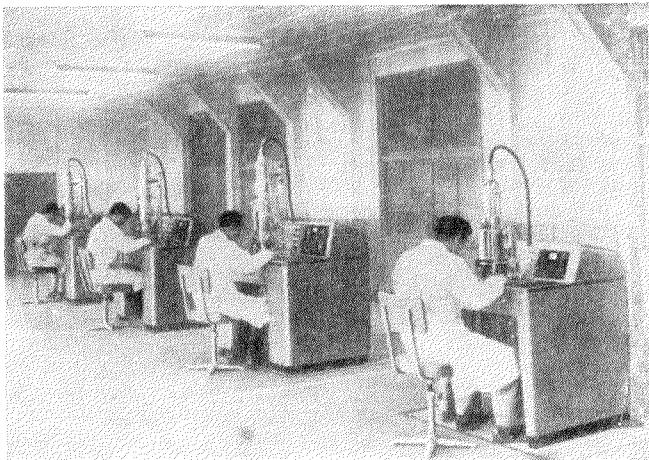


Рис. 2. Зал юстировки электронных микроскопов Японской электронно-оптической лаборатории. Справа — электронный микроскоп JEM-T1, слева — три электронных микроскопа JEM-T4.

ботан JEM-3 с разрешением 30 Å, в 1951 г. — JEM-4 с разрешением 20 Å. В 1952 г. в его осветительную систему был введен двойной конденсор, объектив имел стигматор.

В 1953 г. разработан тип JEM-5 с разрешением 15 Å. Его оптическая система содержит двойной конденсор, двойной объектив со стигматором, промежуточную и проекционную линзу. Ускоряющее напряжение в этом приборе 50—100 кв.

Кроме новых типов приборов с коренным изменением электронной оптики и схем питания, фирма выпускает модернизированные типы приборов, где изменены лишь отдельные узлы (например JEM-5A, JEM-5B, JEM-5C, JEM-5G, JEM-5H и др.).

В настоящее время фирмой производятся следующие электронные микроскопы: JEM-T1 (наиболее простой и пригодный для промышленных исследований); JEM-T4 и тип JEM-5 с разными индексами. Разновидности приборов типа JEM-5 различаются главным образом конструкцией камеры образцов и соответственно различной областью применения.

Так, например, прибор JEM-5G допускает электронно-микроскопическое и электронно-графическое исследования методом пропускания и отражения. Препараты во время исследования могут нагреваться внутри этого прибора до 1000° С, охлаждаться до минус 160° С и подвергаться во время наблюдения действию газа до давления 0,1 мм рт. ст.

Фирма принимает заказы не только на серийно изготавляемые образцы, но и на разработку новых электронных микроскопов по техническим заданиям заказчиков. Результаты исследовательской работы быстро передаются в производство и новые или улучшенные технические характеристики прибора вводятся в течение трех месяцев после окончания стадии исследования. Как заявил президент элек-

тронно-оптической лаборатории д-р Казато в беседе с советской делегацией, при разработке приборов основное внимание уделяется высоким эксплуатационным качествам (они не приносятся в жертву простоте прибора). На некоторых приборах лаборатории удавалось получить разрешение 8 Å. Фирмой выпущено около 100 электронных микроскопов. Она экспортит их во Францию, где имеет свое представительство, и в Бельгию.

б) Центральная исследовательская лаборатория Хитачи (руководитель д-р Т. Кикута). В кратком выступлении руководитель лабо-

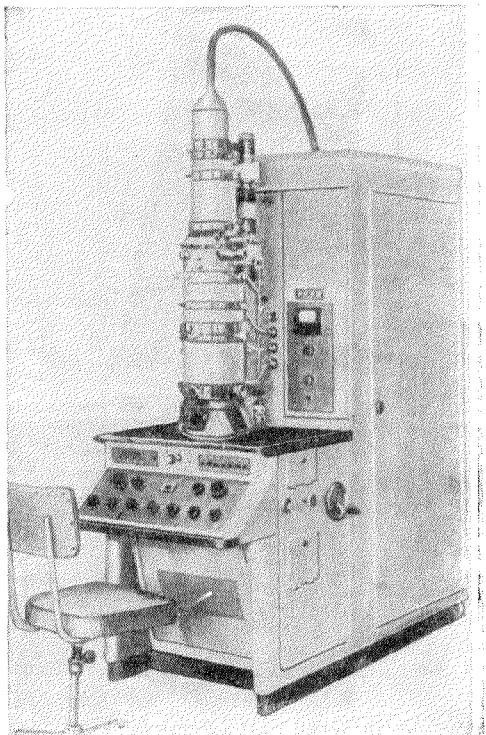


Рис. 3. Электронный микроскоп Японской электронно-оптической лаборатории, тип JEM-5G.

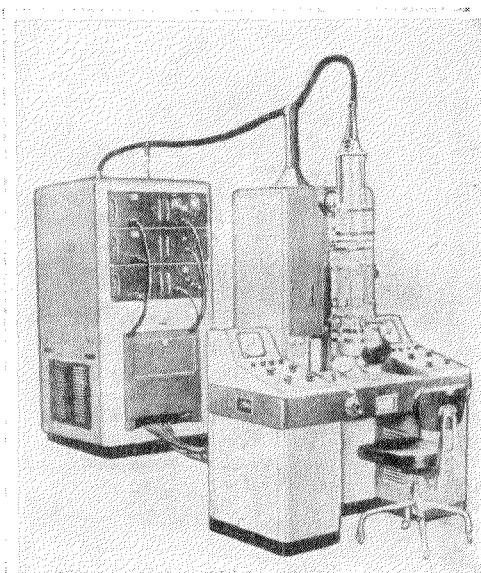


Рис. 4. Электронный микроскоп фирмы Хитачи, тип HU-10.

ратории дал характеристику фирмы Хитачи. Она была организована для производства горнорудного электрооборудования. Профиль этой фирмы очень широкий. В настоящее время она занимается машиностроением (тяжелым, транспортным, сельскохозяйственным и др.) и в то же время производством точных научных приборов (в том числе и электронных микроскопов).

Основные исследования, связанные с этой продукцией, ведутся в Центральной исследовательской лаборатории, имеющей в своем штате около 300 человек (физики, химики, инженеры-электрики, металлурги и механики).

Нам был показан электронный микроскоп HU-10 с разрешением 10–15 Å и одна из последних разработок — прибор для анализа электронов по скоростям. Кроме этого, был показан электронный микроскоп с ускоряющим напряжением 300 кв, питаемый от генератора Ван-де-Граафа. Прибор установлен в комнате с кондиционированным воздухом.

Какие-либо существенные преимущества сверхвысокого напряжения при электронно-микроскопических исследованиях не ощущаются. Пока очевидно только одно преимущество такого напряжения — возможность получать электронограммы от сравнительно толстых препаратов.

По неполным рекламным данным фирмой Хитачи были разработаны следующие типы электронных микроскопов, снятые в настоящее время с производства:

- HU-6 с разрешением 30 Å, ускоряющим напряжением 50 кв (1950 г.);
- HS-2 50–100 Å, 50 кв (1952 г.);
- HU-8 (консольный) 30 Å, 50 кв (1952 г.);
- HU-9 (1955 г.).

В настоящее время фирма производит три типа электронных микроскопов: универсальный микроскоп с высоким разрешением HU-10; микроскоп со средним

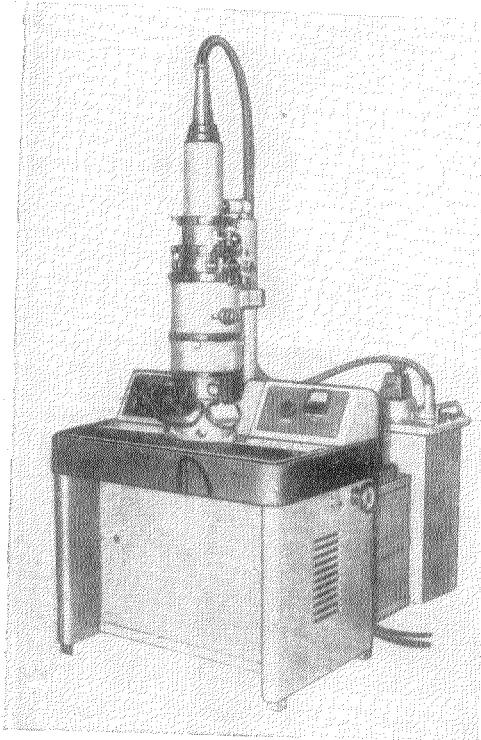


Рис. 5. Электронный микроскоп фирмы Хитачи, тип HS-5.

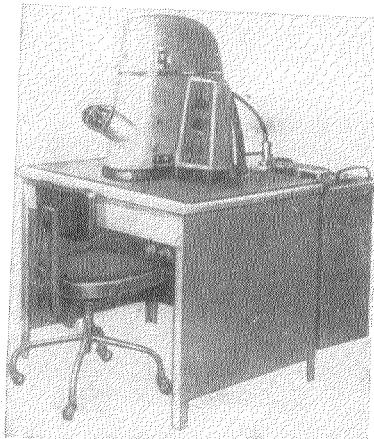


Рис. 6. Электронный микроскоп фирмы Хитачи, тип MH-2.

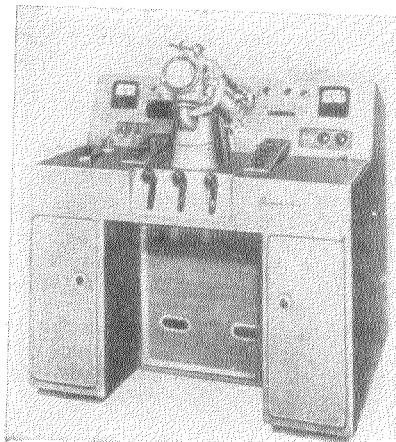


Рис. 7. Электронный микроскоп фирмы Акаши, тип TRS-50D.

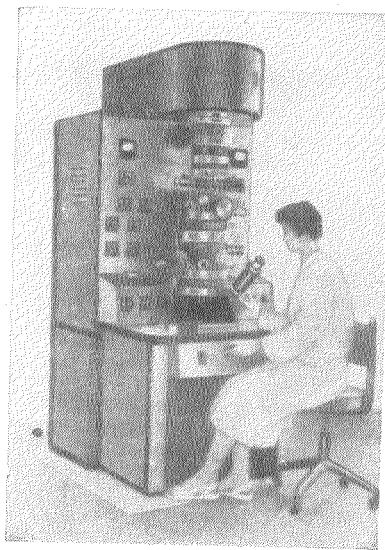


Рис. 8. Электронный микроскоп фирмы Шимадзу, тип SMV-80.

разрешением HS-5, с линзами из постоянных магнитов и малогабаритный настольный микроскоп HM-2 с разрешением 100 Å и линзами из постоянных магнитов.

**Фирма Акачи.** Фирма Акачи организована около 40 лет тому назад. Она специализировалась на производстве приборов для механических испытаний материалов. Производством электронных микроскопов занимается около 5 лет. Самостоятельные разработки и исследовательские работы по электронной оптике, по-видимому, не ведет. Фирма Акачи производит только один тип электронного микроскопа TRS-50D с разрешением 30 Å.

**Фирма Шимадзу.** Эта фирма существует с 1875 г. Она производит физические и химические лабораторные приборы, точные измерительные, рентгеновские и вакуумные приборы, а также электронные микроскопы двух типов SMV-80 (вертикальная модель) и SM-C3 (горизонтальная модель). В результате ознакомления с электронными микроскопами этой фирмы на выставке (ввиду того, что пред-

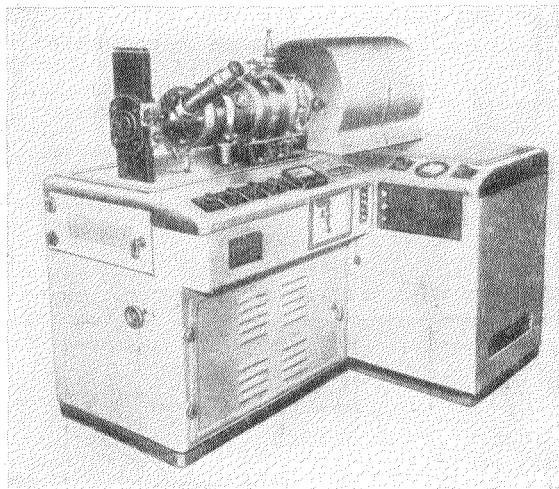


Рис. 9. Электронный микроскоп фирмы Шимадзу, тип SM-C3.

приятия этой фирмы находятся в г. Киото, наша делегация не посетила их) создается впечатление, что они уступают приборам японской электронно-оптической лаборатории и Центральной исследовательской лаборатории Хитачи.

По неполным рекламным данным фирмой Шимадзу были разработаны следующие типы электронных микроскопов, снятые к настоящему времени с производства:

- 1950 г. SM-1 (консольный), напряжение 60 кв;
- 1950 » SM-2 напряжение 40 кв, разрешение 50 Å;
- 1951 » SM-C2 (горизонтальный) напряжение 50 кв, разрешение 50 Å;
- 1952 » SM-U6 (вертикальный) напряжение 50 кв, разрешение 30 Å.

**Лаборатория электронной микроскопии университета г. Токио.** Университет г. Токио является крупнейшим национальным высшим учебным заведением. Он был организован в 1869 г. путем объединения трех различных институтов высшего образования, созданных в конце XVIII в. и в середине XIX в. В настоящее время он имеет 9 факультетов, 5 отделений аспирантуры и 12 исследовательских институтов. В нем обучается 10 тыс. студентов. В университете нам была показана лаборатория электронной микроскопии, руководимая проф. Тани (председатель оргкомитета конференции). Это небольшая лаборатория: в ее составе около 5 постоянных сотрудников. В лаборатории, кроме этого, имеется переменный состав сотрудников, проходящих учебу, подобную аспирантуре. Эта лаборатория подготовила около 20 докторов наук, которые охотно были привлечены научными учреждениями Японии. Лаборатория в основном занимается двумя вопросами: исследованием строения красителей и разработкой метода углеродных реплик с экстракцией. Некоторые исследовательские работы лаборатория ведет совместно с указанными выше фирмами.

Основным прибором лаборатории является электронный микроскоп JEM-5, разработанный этой лабораторией совместно с Японской электронно-оптической лабораторией.

## 6. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ЭЛЕКТРОННЫХ МИКРОСКОПОВ, ПРОИЗВОДЯЩИХСЯ В НАСТОЯЩЕЕ ВРЕМЯ В ЯПОНИИ

Все электронные микроскопы, выпускаемые в Японии, можно разделить на три группы:

- универсальные микроскопы с высоким разрешением (10–15 Å);
- более простые и меньшие по габаритам электронные микроскопы со средним разрешением (около 25 Å);
- наиболее простые по конструкции и в эксплуатации электронные микроскопы со сравнительно небольшим разрешением (50 Å и выше).

Ниже приводится сравнительная таблица японских электронных микроскопов.

Большая часть электронных микроскопов имеет электромагнитные линзы, два типа (HS-5, HM-2) — с линзами из постоянных магнитов; совершенно не производятся и не разрабатываются электронные микроскопы электростатические. Как правило, электронные микроскопы делаются с бронированными электронными пушками и высоковольтными блоками, собранными в маслонаполненных баках, что существенно для приборов, работающих в условиях влажного климата, так как это предохраняет от утечки зарядов по поверхности и от высоковольтной короны.

Источником электронов чаще всего является V-образная вольфрамовая нить накала. Исключение составляет прибор фирмы Акачи, в котором имеется остроконечный платиновый оксидированный термокатод. В последние годы в некоторых лабораториях ведутся исследования с целью получить термоэмиссию с остроконечного вольфрамового катода. Вопросам конфигурации электродов электронной пушки не придается большого значения.

Таблица II  
Сравнительная таблица японских электронных микроскопов.

	№ п/п.	Тип	Разрешение в Å	Ускоряющее напряжение в кВ	Увеличение электронное	Конденсоры	Комп. линза	Стигматор
Высокое разрешение	1	JEM-5	15	50,80 100	600—100000 непр.	2	4	Магнитн. регулир.
	2	HU-10	15	50,75 100	400—100000 непр.	2	3	Магнитн. регулир.
Среднее разрешение	3	JEM-T4	25	50	2000—20000	4	3	Магнитн. регулир.
	4	HS-5	25	50	2000—20000	1	3 пост. магн.	Нет
Низкое разрешение	5	SMV-80	20	80	500—50000	—	—	—
	6	TRS-50D	30	50	500—10000	Нет	3	Магнитн. нерегулир.
Низкое разрешение	7	JEM-T1	50	50	2500; 5000	Нет	2	Нет
	8	SM-C3	40	50	500—10000	Нет	3	Нет
	9	HM-2	100	40	1500; 2000; 3000; 4000	Нет	2 пост. магн.	Нет

Большая часть приборов позволяет получать дифракцию от ограниченного участка образца (до  $1 \mu^2$ ) и электронограммы методом пропускания и отражения. Однако поле электронограмм при этом недостаточно большое.

В приборах с высоким разрешением обязательно применяется двойная конденсорная линза, с помощью которой удается уменьшить сечение пучка на образце до  $4 \mu$ .

В приборах со средним разрешением применяется одинарная конденсорная линза, и в упрощенных приборах конденсорная линза отсутствует.

По мнению д-ра Канайя, высказанному в частной беседе, без конденсорной линзы не может быть получено разрешение лучше 30 Å.

Камера образцов в универсальных приборах имеет много приспособлений, расширяющих применение приборов. Особенно универсальна камера образцов прибора JEM-5G.

В большинстве приборов образец помещается вне полюсных наконечников. Линзовая система у большей части приборов, за исключением нескольких самых

упрощенных, состоит из трех линз: объективной, промежуточной и проекционной. Объективная линза прибора JEM-5 — двойная. Объективная линза приборов с высоким и средним разрешением имеет стигматор, состоящий из ферромагнитных стержней, расстояние которых от оси прибора и поворот на некоторый угол вокруг нее могут регулироваться во время работы прибора рукойткой, выведенной наружу.

В более простых приборах (TRS-50D) для регулировки стигматор должен быть извлечен из прибора.

Электронные микроскопы фирмы Хитачи HU-10 имеют линзовую систему со скомпенсированной хроматической аберрацией по принципу, описанному в разделе 4. По данным этой фирмы этот прибор позволяет получать гарантированное разрешение (15 Å) без применения стигматора. Последний используется лишь в случае загрязнения диафрагм полюсных наконечников, вызывающего искажения поля линз.

В приборах с высоким и средним разрешением осветительная система и линзы юстируются с помощью установочных винтов.

Все электронные микроскопы имеют лупы с небольшим увеличением или небольшие световые микроскопы для точной фокусировки изображения на экран.

Фотокамеры универсальных приборов позволяют получать очень большое число снимков при одной зарядке. Например, прибор HU-10 позволяет получать до 36 снимков размером  $50 \times 50$  мм на 18 фотопластинках.

Фотокамера прибора JEM-5 позволяет извлекать из прибора без нарушения вакуума любое число экспонированных фотопластинок.

Некоторые электронные микроскопы имеют вспомогательный вакуумный объем для предварительного обезгаживания фотопластинок. Для контроля вакуума в приборах имеется манометр Пирани или газоразрядная трубка.

Обзор развития электронно-микроскопического приборостроения в Японии показывает, что в 1951 г. были созданы приборы с тремя линзами (объективной, промежуточной и проекционной), имеющие разрешение 20 Å (JEM-4A и JEM-4B).

В 1952 г. создан прибор с двойным конденсором и стигматором в объективной линзе, дающий разрешение 20 Å (JEM-4C).

В 1953 г., кроме этого, в приборе применен двойной объектив. Достигнуто разрешение 15 Å (JEM-5A и JEM-5B).

Таким образом, в 1953 г. создана электронная оптика прибора с высоким разрешением, сохранившаяся до настоящего времени — с двойным конденсором, двойным объективом, имеющим стигматор, промежуточной и проекционной линзой, с исправленной хроматической аберрацией, дающая разрешение 15 Å. На некоторых лучших образцах приборов в настоящее время достигнуто разрешение до 8 Å.

## 7. ВЫСТАВКА ПРИБОРОВ ЯПОНСКОГО ПРОИЗВОДСТВА

На выставке, организованной для делегатов конференции, демонстрировались в действии некоторые типы электронных микроскопов четырех перечисленных выше организаций.

Кроме этого, фирма Шимадзу экспонировала опытный образец теневого рентгеновского микроскопа и некоторые снимки, полученные с его помощью (в действии прибор не демонстрировался). Прибор имеет следующие характеристики: разрешение 1 μ, прямое увеличение от  $20\times$  до  $100\times$ , вместе с фотографическим увеличением до  $1000\times$ . Ускоряющее напряжение 10 кв.

На выставке также демонстрировались выпускаемые фирмой Шимадзу и Японской электронно-оптической лабораторией приборы, предназначенные для общих вакуумных работ, и приготовления препаратов для электронно-оптических исследований.

Несколько фирм в Японии производят микротомы для срезов толщиной от микрона и более и ультрамикротомы для срезов от 0,02 μ и более. Режущим инструментом во всех ультрамикротомах является стекло. Эти приборы демонстрировались на выставке и при посещении фирм.

Фирма Хитачи выпускает ультрамикротом UM-2 с поступательной подачей ножа за счет упругой деформации несущего стержня. Величина подачи регулируется от 0,3 до 0,05 μ. Образец движется по кругу.

Электронно-оптическая лаборатория выпускает ультрамикротом с подачей образца за счет термического расширения стержня, на котором укреплен образец. Толщина среза 0,02 μ.

Фирма Шимадзу выпускает модель микротома «К». В этом приборе с помощью простой смены передач можно получать срезы в двух пределах: от 0,04 до 0,12 μ (ультратонкие срезы) и от 1 до 3,5 μ (обычные тонкие срезы). Механизм подачи ножа — шестереночный редуктор.

По рекламным данным производством микротомов и ультрамикротомов занимается также фирма «Японский микротом». Она выпускает микротомы типов:

RM — толщина среза от 0,5 до 25  $\mu$ , RU — толщина среза от 0,05 до 5  $\mu$ , RU-3 — толщина среза от 0,02 до 5  $\mu$ .

В заключение следует отметить большую работу, проделанную Оргкомитетом Первой региональной конференции по электронной микроскопии стран Азии и Океании, обеспечившую создание деловой обстановки и максимальных условий для плодотворной деятельности конференции, а также неизменное внимание и помощь со стороны ученых Японии, оказанные советской делегации с первого до последнего дня ее пребывания в этой стране.

Г. О. Багдыкьянц

### ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. J. W. Menth er, Proc. Roy. Soc. A, **236**, 119 (1956).
2. M. Locquin, C. R. Acad. Sc. (Paris) **242**, 1743 (1956).
3. J. Sakaki, Mollenstedt G., Optik **13**, 193 (1956).
4. N. Sasaki, R. Ueda, J. El. Micr. **2**, № 2, 25 (1952) (яп.).

#### а) Теоретические работы

5. K. Kanaya, Res. Electrotechn. Lab. **548**, 1, 1955.
6. K. Kanaya, Bull. Electrot. Lab. **13**, 338 (1949).
7. K. Kanaya, J. El. Micr. **1**, № 2, 53 (1950) (яп.).
8. K. Kanaya, Bull. Electrot. Lab. **15**, 86 (1951).
9. K. Kanaya, Bull. Electrot. Lab. **15**, 91 (1951).
10. K. Kanaya, Bull. Electrot. Lab. **15**, 193 (1951).
11. K. Kanaya, Bull. Electrot. Lab. **15**, 199 (1951).
12. K. Kanaya, Bull. Electrot. Lab. **16**, 25 (1952).
13. K. Kanaya, Bull. Electrot. Lab. **16**, 135 (1952).
14. K. Kanaya, Bull. Electrot. Lab. **16**, 184 (1952).
15. K. Kanaya, Bull. Electrot. Lab. **17**, 529 (1953).
16. K. Kanaya, Bull. Electrot. Lab. **17**, 582 (1953).
17. K. Kanaya, Bull. Electrot. Lab. **18**, 13 (1954).
18. K. Kanaya, Bull. Electrot. Lab. **15**, 203 (1951).
19. K. Kanaya, Journ. Shimadzu Rev. **9**, 28, 1952.
20. K. Kanaya, J. El. Micr. **1**, № 1, 7, 1953 (англ.).
21. K. Kanaya, J. El. Micr. **2**, 1 (1954); Bull. Electrot. Lab. **18**, 517 (1954).
22. K. Kanaya, Bull. Electrot. Lab. **17**, 679 (1953).
23. K. Kanaya, Bull. Electrot. Lab. **17**, 756 (1953).
24. K. Kanaya, J. El. Micr. **3**, 1 (1955) (англ.).
25. K. Kanaya, J. El. Micr. **4**, 1 (1956) (англ.).
26. R. Ueda, J. Phys. Soc. Japan. **10**, 256 (1955).

#### б) Исследования и разработка элементов электронной оптики

27. S. Katagiri, J. El. Micr. **1**, № 1, 13 (1953) (англ.).
28. S. Katagiri, J. El. Micr. **3**, № 1, 21 (1953) (яп.).
29. S. Katagiri, Rev. Sci. Instr. **26**, 870 (1955).
30. N. Morito, J. El. Micr. **3**, № 2, 1 (1954) (англ.).
31. N. Morito, K. Koizumi, J. El. Micr. **2**, № 2, 22 (1952) (яп.).
32. K. Ito, T. Ito, J. El. Micr. **1**, № 2, 45 (1950) (яп.).
33. E. Sugata, Y. Nishitani, K. Ito, T. Ito, J. El. Micr. **1**, № 1, 1 (1953) (англ.).
34. K. Ito, T. Ito, J. El. Micr. **3**, № 1, 12 (1953) (яп.).
35. E. Sugata, Y. Nishitani, H. Hamada, J. El. Micr. **3**, 9 (1955) (англ.).
36. E. Sugata, Y. Nishitani, S. Hirosue, J. El. Micr. **4**, 49 (1956) (англ.).
37. Y. Sakaki, S. Maruse, J. El. Micr. **2**, № 1, 8 (1954) (англ.).
38. S. Maruse, I. Eguchi, J. El. Micr. **3**, № 1, 17 (1953) (яп.).
39. T. Hibi, S. Takahashi, J. El. Micr. **2**, 27 (1950) (яп.).
40. E. Sugata, J. El. Micr. **4**, № 3, 54, 1956 (яп.).
41. H. Ito, S. Okada, J. El. Micr. **1**, № 2, 41 (1950) (яп.).

#### в) Разработка приборов и приспособлений

42. K. Tanaka, H. Hashimoto, J. El. Micr. **3**, № 1, 7, 1953 (яп.).
43. K. Ito, T. Ito, M. Watanabe, J. El. Micr. **2**, 10, 1954 (англ.).
44. N. Takahashi, T. Takeyama, K. Ito, T. Ito, K. Mihama, M. Watanabe, J. El. Micr. **4**, 16, 1956 (англ.).
45. B. Tadano, Y. Sakaki, S. Maruse, N. Morito, J. El. Micr. **4**, 5, 1956 (англ.).

46. H. Watanabe, J. El. Micr. 4, 24, 1956 (англ.).
47. N. Sasaki, R. Ueda, J. El. Micr. 2, № 2, 25, 1952 (яп.).
48. T. Hibi, J. El. Micr. 4, 10, 1956 (англ.).
49. J. Araki, J. El. Micr. 1, № 2, 56, 1956, (яп.).
50. E. Sugata, M. Tateishi, H. Yokoya, Y. Nishitani, J. El. Micr. 3, № 1, 3, 1953 (яп.).
51. K. Takahashi, D. Karasawa, J. El. Micr. 1, № 2, 47, 1950 (яп.).
52. K. Takahashi, J. El. Micr. 2, № 1, 33, 1951 (яп.).

г) Методика препарирования

53. A. Fukami, K. Adachi, S. Nagakawa, J. El. Micr. 1, № 2, 49, 1950 (яп.).
54. A. Fukami, J. El. Micr. 2, № 1, 59, 1951 (яп.).
55. A. Fukami, T. Akiyama, J. El. Micr. 1, № 1, 28, 1953 (англ.).
56. A. Fukami, J. El. Micr. 2, № 1, 20, 1954 (англ.).
57. A. Fukami, J. El. Micr. 3, № 2, 16, 1954 (яп.).
58. H. Tsushikura, J. El. Micr. 1, № 2, 37, 1950 (яп.).
59. H. Tsushikura, J. El. Micr. 2, № 1, 15, 1954 (англ.).
60. T. Hibi, K. Yada, J. El. Micr. 3, № 1, 30, 1953 (яп.).
61. A. Fukami, J. El. Micr. 4, 31, 1956 (англ.).
62. A. Fukami, H. Yotsumoto, J. El. Micr. 4, № 3, 46, 1956 (яп.).
63. T. Hibi, J. El. Micr. 2, № 2, 59, 1952 (яп.).

д) Применения электронной микроскопии

64. S. Koda, T. Takeyama, J. El. Micr. 1, № 1, 39, 1953 (англ.).
65. R. Ueda, J. El. Micr. 1, № 1, 42, 1953 (англ.).
66. T. Taoka, S. Sakata, J. El. Micr. 4, 41, 1956 (англ.).
67. Y. Tani, M. Ykeya, T. Ono, J. El. Micr. 2, № 1, 49, 1954 (англ.).
68. H. Nishimura, J. Takamura, El. Micr. 1, № 2, 35, 1950 (яп.).
69. H. Tsushikura, T. Kusakawa, T. Okumoto, J. El. Micr. 4, № 1, 26, 1955 (яп.).
70. K. Miura, B. Tamamushi, J. El. Micr. 1, № 1, 36, 1953 (англ.).
71. M. Eguchi, Y. Tani, M. Ykeya, J. El. Micr. 1, № 2, 58, 1950 (яп.).
72. S. Shimadzu, J. El. Micr. 2, № 1, 54, 1954 (англ.).
73. T. Hibi, K. Yada, J. El. Micr. 2, № 1, 45, 1954 (англ.).
74. K. Watanabe, T. Jawai, J. El. Micr. 4, № 3, 37, 1956 (яп.).
75. N. Uyeda, E. Suito, J. El. Micr. 4, 36, 1956 (англ.).
76. Y. Naito, S. Takahashi, J. El. Micr. 3, № 3, 26, 1954 (яп.).
77. H. Noake, S. Hirota, Y. Mizushima, J. El. Micr. 4, 50, 1956 (англ.).